

Springer Reference Technik

Springer Reference

Karl Jousten Hrsg.

Handbuch Vakuumtechnik

12. Auflage



Springer Vieweg

Springer Reference Technik

Springer Reference Technik bietet Ingenieuren – Studierenden, Praktikern und Wissenschaftlern – zielführendes Fachwissen in aktueller, kompakter und verständlicher Form. Während traditionelle Handbücher ihre Inhalte bislang lediglich gebündelt und statisch in einer Printausgabe präsentiert haben, bietet „*Springer Reference Technik*“ eine um dynamische Komponenten erweiterte Online-Präsenz: Ständige digitale Verfügbarkeit, frühes Erscheinen neuer Beiträge online first und fortlaufende Erweiterung und Aktualisierung der Inhalte.

Die Werke und Beiträge der Reihe repräsentieren den jeweils aktuellen Stand des Wissens des Faches, was z. B. für die Integration von Normen und aktuellen Forschungsprozessen wichtig ist, soweit diese für die Praxis von Relevanz sind. Reviewprozesse sichern die Qualität durch die aktive Mitwirkung von namhaften HerausgeberInnen und ausgesuchten AutorInnen.

Springer Reference Technik wächst kontinuierlich um neue Kapitel und Fachgebiete. Eine Liste aller Reference-Werke bei Springer – auch anderer Fächer – findet sich unter www.springerreference.de.

Weitere Bände in der Reihe <http://www.springer.com/series/15071>

Karl Jousten
Hrsg.

Handbuch Vakuumtechnik

12., neu bearbeitete Auflage

mit 657 Abbildungen und 117 Tabellen

 Springer Vieweg

Hrsg.
Karl Jousten
Institut Berlin (PTB)
Physikalisch-Technische Bundesanstalt
Berlin, Deutschland

Wir danken der Firma Von Ardenne GmbH für die Unterstützung.

ISSN 2522-8188 ISSN 2522-8196 (electronic)
Springer Reference Technik
ISBN 978-3-658-13385-6 ISBN 978-3-658-13386-3 (eBook)
ISBN 978-3-658-13421-1 (Bundle)
<https://doi.org/10.1007/978-3-658-13386-3>

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnetet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Springer Vieweg
© Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH, ein Teil von Springer Nature 1965, 1982, 1986, 1988, 1992, 1997, 2000, 2004, 2006, 2010, 2013, 2018

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung, die nicht ausdrücklich vom Urheberrechtsgesetz zugelassen ist, bedarf der vorherigen Zustimmung des Verlags. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Bearbeitungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürfen.

Der Verlag, die Autoren und die Herausgeber gehen davon aus, dass die Angaben und Informationen in diesem Werk zum Zeitpunkt der Veröffentlichung vollständig und korrekt sind. Weder der Verlag, noch die Autoren oder die Herausgeber übernehmen, ausdrücklich oder implizit, Gewähr für den Inhalt des Werkes, etwaige Fehler oder Äußerungen. Der Verlag bleibt im Hinblick auf geografische Zuordnungen und Gebietsbezeichnungen in veröffentlichten Karten und Institutionsadressen neutral.

Gedruckt auf säurefrei und chlorfrei gebleichtem Papier

Springer Vieweg ist ein Imprint der eingetragenen Gesellschaft Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH und ist ein Teil von Springer Nature.

Die Anschrift der Gesellschaft ist: Abraham-Lincoln-Str. 46, 65189 Wiesbaden, Germany

Vorwort zur 12. Auflage

Die Digitalisierung ist in aller Munde und macht auch vor den Verlagen nicht halt. So schlug Springer Vieweg dem Herausgeber und den Autoren vor, das Handbuch Vakuumtechnik künftig in seiner „Online First“-Sparte „Springer Reference Technik“ zu veröffentlichen. Während Aktualisierungen der Inhalte von traditionellen Fachbüchern bislang erst in der nächsten Druckausgabe möglich waren, bietet die neue Plattform von Springer Reference neben der ständigen digitalen Verfügbarkeit, die Möglichkeit von fortlaufenden Aktualisierungen der Beiträge. So ist der Leser immer auf dem neuesten Stand. Wenn die Zahl der Aktualisierungen ein bestimmtes Maß überschritten hat, kann es weiterhin auch eine neue Druckausgabe geben. So erscheint das Handbuch Vakuumtechnik nun auf zwei Arten: digital für den Leserkreis, der die neue Technik in vollem Umfang nutzen will, analog für den Leserkreis, der gerne hin und her blättert und etwas in der Hand halten will.

Die digitale Veröffentlichung hat aber auch Nachteile: Die einzelnen Kapitel mussten verkürzt werden, Querverweise sind erschwert, weil jedes Kapitel so produziert wird, dass es in digitaler Form einzeln heruntergeladen werden kann, kapitelübergreifende Kurzinhalt und Gestaltungen (Glossar, Abkürzungsverzeichnis, Anhang) sind nicht mehr möglich. In der Druckauflage kann ein Teil dieser gewohnten Bestandteile nachgetragen werden, die Kapiteleinteilung ist jedoch die gleiche wie in der digitalen Version. So muss sich der an die bisherige Kapitelaufteilung gewohnte Leserkreis auf eine doppelt so große Anzahl von Kapiteln einstellen. Die Reihenfolge der Kapitel folgt jedoch der bisherigen Logik: Eine allgemeine Einführung in die Vakuumtechnik (Geschichte und Anwendung), die für die Vakuumtechnik nötige Physik, die Erzeugung des Vakuums durch Pumpen, die Messung des Vakuums, die Bauelemente der Vakuumkammern, die Handhabung von Vakumsystemen einschließlich der Lecksuche.

Neu in der 12. Auflage ist die Einbeziehung der regenerativen Pumpen im Kapitel der Turbomolekularpumpen (jetzt ► [Kap. 19, „Molekular- und Turbomolekularpumpen“](#)), stark überarbeitet wurde der Abschnitt über NEG-Pumpen im Kapitel „Passive Sorptionspumpen“, das alte ► [Kap. 17, „Kondensatoren“](#) Bauelemente wurde wesentlich überarbeitet und auf zwei Kapitel verteilt und erhielt eine neue Autorin. Ansonsten wurden in allen Kapiteln kleinere Aktualisierungen vorgenommen.

Ich hoffe, dass das Handbuch Vakuumtechnik in all seinen Publikationsformen in der Lage ist, das Wissen für diese wichtige Schlüsseltechnologie zu sichern und

lebendig zu halten, um verhängnisvolle Fehler bei seiner Anwendung und wirtschaftlichen Schaden zu vermeiden. Einsteiger und Studierende finden weiterhin ein Kompendium vor, mit dem sie sowohl für die Technik ausgebildet werden als auch nach Erlernen des physikalischen Werkzeugs jederzeit die weiteren Details nachschlagen können.

Danken möchte ich allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Verlags, die die recht mühsame Umschreibung auf die neuen Kapitel begleitet haben, besonders Frau Steinhart und Frau Klein.

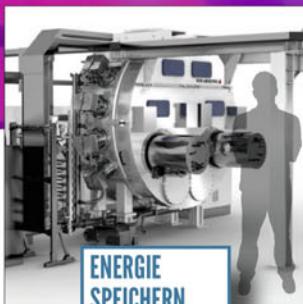
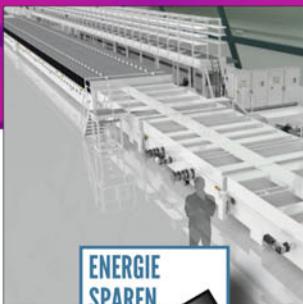
Der Herausgeber ist den „digitalen“ und „analogen“ Lesern dankbar, die ihm Hinweise auf Fehler, mangelhafte Darstellung und notwendige Ergänzungen geben (karl.jousten@ptb.de). Die digitale Plattform ermöglicht es auch, direkt mit dem Autor in Kontakt zu treten.

Februar 2018
Berlin

Karl Jousten



WEGBEREITER DER INDUSTRIELLEN VAKUUMBESCHICHTUNG



VON ARDENNE verfügt über mehr als 55 Jahre Erfahrung in der Elektronenstrahltechnologie, 45 Jahre in der Rolle-zu-Rolle-Beschichtung, 40 Jahre im Magnetron-Sputtern und kann weltweit auf 400 installierte Beschichtungssysteme verweisen.

Unser Schwerpunkt liegt auf innovativen Beschichtungslösungen für die Herstellung nachhaltiger Produkte, mit denen erneuerbare Energie gewonnen, Energie eingespart und gespeichert werden kann. In der Elektronikbranche ist unsere Expertise ebenso gefragt und kommt in der Herstellung von Displays, OLEDs, Sensoren und flexibler Elektronik zum Einsatz.

Wir sind Ihr perfekter Partner für alle Substrate, Technologien und Anwendungen – egal ob es sich um F&E, Pilot- oder Massenproduktion handelt oder ob die Substrate Glasscheiben, Metallplatten, Silizium-Wafer, flexibles Glas oder Kunststofffolien sind.



Intelligente Vakuummessung

- **VD8:** kompakte Vakuummeter mit Datenlogger und USB-Schnittstelle
- **Smartline:** digitale Vakuumtransmitter mit 0-10 V Ausgang, EtherCAT, Profinet oder Profibus
- **Analogline:** analoge Vakuumtransmitter mit 0-10 V oder 4-20 mA
- Vakuum-Controller • robuste Vakuumschalter • Vakuumkomponenten uvm.
- **Messprinzipien:** Piezo, Kapazitive, Pirani, Kaltkathoden, Heißkathoden
- Vakuummesstechnik "**Made in Germany**"



Thyracont Vacuum Instruments GmbH
direct@thyracont-vacuum.de
www.thyracont-vacuum.com

Inhaltsverzeichnis

1	Geschichte der Vakuumtechnik	1
Karl Jousten		
Literatur	17
2	Anwendung und Aufgaben der Vakuumtechnik	19
Karl Jousten		
Literatur	30
3	Gasgesetze und kinetische Gastheorie	33
Karl Jousten		
1	Beschreibung des Gaszustandes	33
1.1	Zustandsgrößen	33
1.2	Mengengrößen	39
1.3	Zustandsgleichung des idealen Gases	42
1.4	Gemisch verschiedener Gase	44
2	Kinetische Gastheorie	46
2.1	Modellvorstellung	46
2.2	Wanddruck als Folge von Teilchenstößen	47
2.3	Geschwindigkeitsverteilung von Maxwell und Boltzmann	49
2.4	Flächenstoßrate und Effusion	52
2.5	Größe der Gasteilchen, freie Weglänge	54
Literatur	61
4	Transporteigenschaften von Gasen	63
Karl Jousten		
1	Druckabhängigkeit	63
2	Transport von Reibungskräften in Gasen und Viskosität	64
3	Wärmetransport in Gasen und Wärmeleitfähigkeit	68
4	Diffusion	77
5	Reale Gase und Dämpfe	81
Karl Jousten		
1	Zustandsgleichungen	81
2	Eigenschaften der Gasteilchen und Verhalten des Gases	85

3	Sättigungsdampfdruck	92
4	Verdampfungsrate	97
	Literatur	107
6	Strömung von Gasen	109
	Karl Jousten	
1	Strömungsarten, Begriffsdefinitionen	109
1.1	Charakterisierung von Strömungen, Knudsenzahl, Reynoldszahl	109
1.2	Effektives Saugvermögen einer Vakuumpumpe	118
2	Messung von Strömungsleitwerten	120
2.1	Notwendigkeit der Messung	120
2.2	Messung des charakteristischen Leitwerts (Eigenleitwert)	120
2.3	Berechnung des reduzierten Leitwerts (Einbauleitwert)	122
2.4	Messung des reduzierten Leitwerts	122
7	Viskose Strömung verdünnter Gase	125
	Karl Jousten	
1	Reibungsfreie viskose Strömung, Gasdynamik	125
1.1	Erhaltungssätze	125
1.2	Allmähliche Querschnittsänderung: isentrope Zustandsänderung	127
1.3	Kritische Strömung	130
1.4	Verblockung bei kleinem Auslassdruck	132
1.5	Kontraktion bei Einströmung in Blende und Rohr	134
1.6	Beispiele zur Düsenströmung	135
1.7	Gerader und schräger Verdichtungsstoß	139
1.8	Lavaldüse, Ausströmung bei Gegendruck	141
1.9	Strömung um eine Ecke (Prandtl–Meyer)	145
2	Reibungsbehaftete viskose Leitungsströmung	148
2.1	Laminare und turbulente Strömung durch eine Leitung	148
2.2	Leitungsströmung von Luft	154
2.3	Lufteinströmung in einen Kessel, Beispiele	156
2.4	Rohr in der Ansaugleitung einer Pumpe, Beispiele	162
2.5	Strömung durch Leitungen mit nicht- kreisförmigem Querschnitt	165
2.6	Gasartabhängigkeit der Strömung	167
	Literatur	168
8	Molekulare Strömung von Gasen	171
	Karl Jousten	
1	Strömungsform, Begriffe, Durchlaufwahrscheinlichkeit	171
2	Molekulare Strömung durch eine Blende	175

3	Molekulare Strömung durch Leitung gleichbleibenden Querschnitts	177
4	Molekulare Strömung durch Kreisrohr	180
5	Molekulare Strömung durch Leitungen einfachen Querschnitts	181
6	Rohrbogen und Rohrknie	183
7	Hintereinanderschaltung von Rohr und Blende	186
8	Hintereinanderschaltung von Bauelementen	187
9	Molekularströmung durch konisches Kreisrohr (Trichter)	190
10	Bauelement in der Ansaugleitung einer Pumpe	191
	Literatur	192
9	Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase	195
	Karl Jousten und Felix Sharipov	
1	Grundkonzept	195
1.1	Die Parameter Knudsenzahl und Gasverdünnung	195
1.2	Makroskopische Größen	196
1.3	Funktion der Geschwindigkeitsverteilung	197
1.4	Globales Gleichgewicht	198
1.5	Lokales Gleichgewicht	199
1.6	Kinetische Boltzmanngleichung	199
1.7	Transportkoeffizienten	201
1.8	Modellgleichungen	203
1.9	Wechselwirkung zwischen Gas und Oberfläche	205
2	Berechnungsmethoden von Gasströmen	207
2.1	Allgemeine Bemerkungen	207
2.2	Die deterministische Methode	208
2.3	Wahrscheinlichkeitsmethoden	209
3	Geschwindigkeitsschlupf und Temperatursprung	211
3.1	Viskoser Schlupfkoeffizient	212
3.2	Der Koeffizient des thermischen Schlupfs	213
3.3	Der Koeffizient für den Temperatursprung	214
4	Impuls- und Wärmetransport durch verdünnte Gase	215
4.1	Ebene Couette-Strömung	215
4.2	Zylindrische Couette-Strömung	219
4.3	Wärmetransport zwischen zwei Platten	224
4.4	Wärmestrom zwischen zwei koaxialen Zylindern	225
	Literatur	230
10	Strömung von Gasen durch Rohre und Blenden	233
	Karl Jousten und Felix Sharipov	
1	Gasströme durch lange Rohre	233
1.1	Begriffe	233
1.2	Molekularer Strömungsbereich	235

1.3	Schlupfströmung	236
1.4	Strömung im Übergangsgebiet	237
1.5	Strömung bei beliebigen Druck- und Temperaturdifferenzen	244
1.6	Variable Querschnitte	249
1.7	Thermomolekulares Druckverhältnis	251
2	Durchfluss durch Blenden	254
3	Modellierung einer Holweckpumpe	257
4	Strömung im gesamten Druckbereich	259
4.1	Kennzeichnung der Strömung	259
4.2	Strömung durch dünne Kreisblende	259
4.3	Strömung durch langes Kreisrohr	262
Literatur	263
11	Sorption und Diffusion	265
Karl Jousten		
1	Sorptionsphänomene und deren Bedeutung – Begriffe und Terminologie	265
2	Adsorptions- und Desorptionskinetik	270
2.1	Adsorptionsrate	270
2.2	Desorptionsrate	271
2.3	Hobsons Modell einer Auspumpkurve	274
2.4	Mono-Schicht-Adsorptionsisothermen	278
2.5	Mehrschicht-Adsorption und Brunauer-Emmett-Teller-(BET)-Isotherme	280
2.6	Mono-Zeit	282
2.7	Absorption, Diffusion und Ausgasung	283
3	Permeation	290
Literatur	293
12	Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen und Grundlagen der Verdrängervakuumpumpen	295
Karl Jousten		
1	Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen	295
2	Übersicht über die Verdrängerpumpen	298
3	Grundlagen Verdrängerpumpen	302
3.1	Leistungsbedarf	302
3.2	Abpumpen von Dämpfen und Gasballast	306
Literatur	311
13	Oszillationsverdrängerpumpen	313
Karl Jousten und Jürgen Dirscherl		
1	Einleitung	313
2	Kolbenpumpen	314
3	Membranpumpen	316
3.1	Aufbau und Funktionsweise	316
3.2	Saugvermögen und Endvakuum	318

3.3	Gasballast	320
3.4	Antriebskonzepte	320
3.5	Gasartabhängigkeit des Saugvermögens und des Endvakuums	321
3.6	Drehzahlabhängigkeit des Endvakuums	322
3.7	Konstruktionsprinzipien	322
3.8	Anwendung von Membranpumpen im Chemielabor	325
3.9	Membranpumpen als Vorpumpen für Turbomolekularpumpen	326
3.10	Membranpumpen in Kombination mit anderen Vakuumpumpen	330
Literatur	331
14	Einwellige Rotationsverdrängerpumpen	333
Karl Jousten, Alfons Jünemann und Boris Kossek		
1	Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen	333
1.1	Aufbau und Funktionsweise	334
1.2	Betriebseigenschaften und Auslegung	335
1.3	Bauarten	339
1.4	Pumpstände mit Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen	340
1.5	Hinweise für den wirtschaftlichen Betrieb	342
2	Drehschieberpumpe	345
2.1	Wirkungsweise und Aufbau	345
2.2	Trockenlaufende Drehschieberpumpe	348
2.3	Ölgeschmierte Drehschieberpumpen	349
2.4	Frischölgeschmierte Drehschieberpumpe	351
2.5	Betriebsverhalten und Hinweise	352
2.6	Kennlinien, Kenndaten	355
3	Sperrschieberpumpen	356
3.1	Wirkungsweise und technischer Aufbau	356
3.2	Vergleich zwischen Dreh- und Sperrschieberpumpen	360
4	Trochoidenpumpen	361
5	Scroll-Pumpen (Spiralpumpen)	362
5.1	Das Verdichtungsprinzip	363
5.2	Aufbau	364
5.3	Anwendungen und Vorteile	365
Literatur	366
15	Zweiwellige Rotationsverdrängerpumpen	369
Karl Jousten, Uwe Friedrichsen und Erik Lippelt		
1	Schraubenpumpen	369
1.1	Wirkungsweise und technischer Aufbau	370
1.2	Wärmeverhalten und technische Hinweise	376

2	Klauen- oder Drehzahnpumpen	378
2.1	Verdichtungsprinzip	379
2.2	Vergleich mit Wälzkolbenpumpen	381
2.3	Mehrstufige Klauenpumpen und Pumpkombinationen	382
2.4	Drehzahlregelung	383
2.5	Anwendungsgebiete	384
3	Wälzkolbenpumpen (Roots-Pumpen)	384
3.1	Wirkungsweise	385
3.2	Technischer Aufbau	386
3.3	Theoretische Grundlagen	388
3.4	Der effektive Gasstrom	388
3.5	Kompressionsverhältnis K bei Nulldurchsatz bei Nulldurchsatz	389
3.6	Effektives Kompressionsverhältnis und volumetrischer Wirkungsgrad [16]	390
3.7	Abstufung des Saugvermögens Vorpumpe/ Wälzkolbenpumpe	392
3.8	Saugvermögen und Enddruck	394
3.9	Installation und Betriebshinweise	397
	Literatur	397
16	Betrieb von Verdängerpumpen	399
	Karl Jousten und Uwe Friedrichsen	
1	Spezifische Eigenschaften ölgedichteter Verdrängerpumpen	399
1.1	Saugvermögen und erreichbarer Enddruck	399
1.2	Ölrückströmung	404
2	Betriebs- und Sicherheitshinweise	405
2.1	Aufstellung	405
2.2	An- und Abstellen, Saugstutzenventile	405
2.3	Auswahl der Pumpen und Arbeitshinweise	407
2.4	Sicherheitstechnische Hinweise	408
3	Spezifisches Zubehör für Verdrängerpumpen	410
3.1	Sorptionsfallen	410
3.2	Sicherheitsventile	410
3.3	Ölfilter und Ölreinigung	411
3.4	Auspuff-Filter (Ölnebelabscheider)	413
3.5	Staubfilter	415
	Literatur	416
17	Kondensatoren	419
	Harald Grave	
1	Kondensationsvorgänge im Vakuum	419
1.1	Grundlagen	419

1.2	Kondensation reiner Dämpfe	421
1.3	Kondensation von Gas-Dampf-Gemischen	425
1.4	Kühlmittel	429
2	Bauarten von Kondensatoren	429
2.1	Oberflächenkondensatoren für Flüssigkeitskondensation	429
2.2	Mischkondensatoren	432
2.3	Kondensataustrag	434
2.4	Oberflächenkondensatoren für Feststoffkondensation	436
3	Integration von Kondensatoren in Vakuumsysteme	436
3.1	Kondensatoren in Kombination mit Vakuumpumpen	436
3.2	Regelung	440
4	Berechnungsbeispiele	441
	Literatur	443
18	Treibmittelpumpen	445
	Karl Jousten und Klaus Galda	
1	Einleitung, Übersicht	445
2	Flüssigkeitsstrahlpumpen	447
3	Dampfstrahl-Vakuumpumpen	449
3.1	Aufbau und Wirkungsweise	450
3.2	Leistungsdaten, Betriebsverhalten und Regelung	452
3.3	Mehrstufige Dampfstrahl-Vakuumpumpen	456
3.4	Organische Dämpfe als Treibmedium	459
4	Diffusionspumpen	461
4.1	Aufbau und Arbeitsweise	461
4.2	Treibmittel	465
4.3	Dampfsperren (Baffles) und Fallen	468
4.4	Fraktionieren, Entgasen	469
4.5	Betriebshinweise	471
4.6	Saugvermögen, Vorvakumbeständigkeit, Hybridpumpen	471
4.7	Berechnung der Funktionsgrößen von Diffusions- und Dampfstrahlpumpen anhand eines einfachen Pumpenmodells	474
5	Vergleich Diffusionspumpen – Dampfstrahlpumpen	482
	Literatur	485
19	Molekular- und Turbomolekularpumpen	487
	Karl Jousten	
1	Einleitung	487

2	Molekularpumpen	490
2.1	Gaedepumpstufe	492
2.2	Holweckstufe	496
2.3	Siegbahnstufe	498
3	Kombination von Molekular- und Seitenkanalpumpstufen	498
3.1	Der regenerative oder Seitenkanal-Pumpmechanismus	499
3.2	Pumpkonstruktion und Anwendungen	500
4	Physikalische Grundlagen der Turbomolekularpumpstufen	501
4.1	Pumpmechanismus	502
4.2	Saugvermögen und Kompressionsverhältnis	502
4.3	Statistische und Gaedesche Betrachtung des Pumpeffekts ...	504
4.4	Statistische Betrachtung	506
4.5	Wärmehaushalt	508
5	Technik von Turbomolekularpumpen	511
5.1	Aufbau und Wirkungsweise	512
5.2	Turbomolekularpumpenrotoren	513
5.3	Sicherheitsanforderungen	514
5.4	Lagerung von Turbomolekularpumpenrotoren	516
5.5	Antriebe und Bedienung	519
5.6	Heizung und Kühlung	520
5.7	Sonderausführungen	521
6	Leistungsdaten von Turbomolekularpumpen	523
6.1	Saugvermögen	523
6.2	Kompressionsverhältnis, Enddruck und Basisdruck	524
6.3	Auspumpzeiten von Behältern	524
6.4	Pumpen hoher Gaslasten	526
7	Betrieb und Wartung von Turbomolekularpumpen	528
7.1	Wahl der Vorpumpe	528
7.2	Allgemeine Hinweise	528
7.3	Einschalten	528
7.4	Erreichen des Basisdruckes	529
7.5	Betrieb in Magnetfeldern	529
7.6	Belüften	529
7.7	Wartung	529
8	Anwendungen	530
	Literatur	532
20	Passive Sorptionspumpen	535
	Karl Jousten und Paolo Manini	
1	Einleitung	535
2	Adsorptionspumpen	536
2.1	Wirkungsweise	536
2.2	Aufbau	538

2.3	Endvakuum und Saugvermögen	539
2.4	Arbeits- und Betriebshinweise	543
3	Getter	544
3.1	Wirkungsweise und Getterarten	544
3.2	NEG-Pumpen	546
3.3	Verdampferpumpen	561
	Literatur	573
21	Aktive Sorptionspumpen	575
	Karl Jousten	
1	Einleitung	575
2	Ionenzerstäuberpumpen	576
2.1	Wirkungsweise	576
2.2	Technischer Aufbau (Diodentyp)	580
2.3	Saugvermögen	581
2.4	Die differenzielle Diodenpumpe	584
2.5	Die Triodenpumpe	585
2.6	Lineare Zerstäuberpumpen (Distributed ion pump)	586
2.7	Restgasspektrum	587
2.8	Arbeitstechnik	589
3	Die Orbitronpumpe	591
	Literatur	592
22	Kryotechnik und Kryopumpen	595
	Christian Day	
1	Einleitung	595
2	Kühlverfahren	596
2.1	Gaskälteverfahren	597
2.2	Kryostate mit flüssigen Kältemitteln	604
2.3	Messung tiefer Temperaturen	606
3	Arbeitsprinzipien von Kryopumpen	606
3.1	Gaskondensation	608
3.2	Kryosorption	611
4	Auslegung von Kryopumpen	617
4.1	Kryotechnisch konstruktive Merkmale	617
4.2	Vakuumtechnisch konstruktive Merkmale	625
4.3	Konstruktionsprinzipien	627
	Literatur	633
23	Kenngrößen und Anwendungen von Kryopumpen	635
	Christian Day	
1	Einleitung	635
2	Startdruck	636
3	Enddruck	637
4	Saugvermögen	638

5	Standzeit	639
6	Kapazität (maximale Gasaufnahme)	641
7	Cross-over-Wert	641
8	Maximal zulässiger $p \cdot V$ -Durchfluss	641
9	Beständigkeit gegen thermische Strahlung	641
10	Regeneration	642
11	Leistungsvergleich	643
12	Anwendungsbeispiele	644
12.1	Die Refrigerator-Kryopumpe	645
12.2	Kryopumpen mit Zwangskühlung durch superkritisches Helium	645
12.3	Kombinierte Refrigerator/Flüssig-Kryopumpen	647
12.4	Kryopumpen mit zwangsgeführter Flüssigkühlung	648
12.5	Kryopumpen in Großforschungsanwendungen	650
12.6	Kryopumpen in industriellen Anlagen	651
12.7	Entwicklungstendenzen für die Kryopumpe	651
	Literatur	652
24	Vakummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum	655
	Karl Jousten	
1	Einleitung	655
2	Mechanische Vakuummeter	658
2.1	Prinzip und Einteilung	658
2.2	Plattenfedervakuummeter	659
2.3	Kapselfedervakuummeter	659
2.4	Röhrenfedervakuummeter	661
2.5	Membranvakuummeter	663
2.6	Druckschalter und Druckregler	674
3	Gasreibungsvakuummeter (Spinning Rotor Gauge)	675
3.1	Messanordnung und Messprinzip	676
3.2	Bremsung durch Gasreibung	678
3.3	Durchführung der Messung	683
3.4	Erweiterung des Messbereichs zu höheren Drücken	684
3.5	Messunsicherheit	685
4	Direkte elektrische Druckmessumformer	686
5	Wärmeleitungsvakuummeter	686
5.1	Prinzip	686
5.2	Wärmeleitungsvakuummeter mit konstanter Drahttemperatur	690
5.3	Wärmeleitungsvakuummeter mit konstanter Heizung	694
5.4	Gepulste Wärmeleitungsvakuummeter	696
5.5	Thermoelementvakuummeter (Thermocouple)	697
5.6	Thermistoren	697

5.7	Hinweise zur Verwendung von Wärmeleitungsvakuummetern	698
6	Gasflussmessgeräte	700
	Literatur	702
25	Ionisationsvakuummeter	705
	Karl Jousten	
1	Prinzip und Einteilung	705
2	Geschichtliche Entwicklung der Ionisationsvakuummeter	706
3	Ionisationsvakuummeter mit Emissionskathode	708
3.1	Messprinzip	708
3.2	Aufbau der Emissionskathoden- Ionisationsvakuummeter	712
3.3	Konzentrische Triode	712
3.4	Feinvakuum-Ionisationsvakuummeter	713
3.5	Ionisationsvakuummeter nach Bayard und Alpert	715
3.6	Extraktor-Ionisationsvakuummeter	719
3.7	Andere Glühkathoden-Ionisationsvakuummeter	723
3.8	Betriebshinweise für Emissionskathoden- Ionisationsvakuummeter	724
4	Ionisationsvakuummeter mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern	725
4.1	Penning-Vakuummeter	725
5	Vergleichende Betrachtung zwischen den beiden Arten von Ionisationsvakuummetern	732
6	Allgemeine Hinweise	734
7	Kombinationsmessgeräte	739
	Literatur	740
26	Partialdruckmessung	743
	Karl Jousten und Robert Ellefson	
1	Einleitung	743
2	Partialdruckmessgeräte (Massenspektrometer)	744
2.1	Ionenquellen	749
2.2	Heizfaden-Materialien	754
2.3	Ionenquellenbedingte Artefakte im Massenspektrum	755
2.4	Massen-Analysatoren	757
2.5	Ionenfallen-Massenspektrometer	767
2.6	Ionendetektoren	769
2.7	Steuersoftware für Massenspektrometer	774
2.8	Weitere Einsatzmöglichkeiten von Massenspektometern	776
3	Partialdruckmessung mit optischen Methoden	777
	Literatur	779

27	Leckdetektoren	783
	Werner Große-Bley	
1	Grundprinzipien und geschichtliche Entwicklung	783
2	Leckdetektoren für Druckanstiegsmethode	784
2.1	Allgemeines	784
2.2	Druckanstiegsleckdetektor mit Folienkammer	784
3	Heliumleckdetektoren	785
3.1	Allgemeines	785
3.2	Anforderungen und Grundfunktion bei der Vakuumlecksuche	785
3.3	Heliumsektorfeldmassenspektrometer	786
3.4	Einlassdruck von Heliumleckdetektoren	788
3.5	Zeitverhalten von Heliumleckdetektoren	788
3.6	Arbeitsprinzipien von Heliumleckdetektoren	789
3.7	Schnüffeleinrichtungen für Heliumleckdetektoren	795
3.8	Anwendungsfelder der massenspektrometrischen Heliumleckdetektoren	795
4	Kältemittelleckdetektoren	796
4.1	Aufbau und Funktion	796
4.2	Anwendungsfelder	797
5	Prüflecks	799
5.1	Permeationslecks	799
5.2	Leitwertlecks	800
5.3	Praktische Ausführungen von Prüflecks	800
6	Messeigenschaften und Kalibrierung/Justierung von Leckdetektoren	801
6.1	Leckdetektoren als Prüfmittel im Sinne der DIN/EN/ISO 9001	801
6.2	Unsicherheit der Kalibrierung/Justierung	802
7	Leckdetektoren mit anderen Sensorprinzipien	803
7.1	Heliumschnüffler mit Quarzglasmembranen	803
7.2	Halogenleckdetektoren mit Alkali-Ionen-Sensor	803
7.3	Halogenleckdetektoren mit Infrarot-Sensor	804
	Literatur	805
28	Primärnormale für das Vakuum	807
	Karl Jousten	
1	Das internationale Einheitensystem	807
2	Primärnormale für Vakuum: Überblick	808
3	Flüssigkeitsmanometer	811
4	Kompressionsmanometer nach McLeod	814
5	Drehkolbenmanometer und Druckwaagen	817
6	Statisches Expansionsverfahren	819
7	Kontinuierliches Expansionsverfahren	826

8	Sonstige Primärnormale	833
	Literatur	835
29	Kalibrierung von Vakuummessgeräten	839
	Karl Jousten	
1	Einleitung	839
2	Das Vergleichsmessverfahren	841
2.1	Kapazitätsvakuummeter	842
2.2	Gasreibungsvakuummeter	847
2.3	Ionisationsvakuummeter	850
3	Kalibrierungen von Partialdruckmessgeräten	852
4	Kalibrierungen von Standardlecks	854
	Literatur	858
30	Normen der Vakuumtechnik	861
	Karl Jousten	
1	Normen für Bezeichnungen	861
2	Geometrische Normen	861
3	Normen für Vakuumpumpen	862
4	Normen der Vakuummessung	872
5	Tabelle der Normen	872
	Literatur	872
31	Werkstoffe in der Vakuumtechnik	873
	Karl Jousten	
1	Anforderungen und Überblick über die Werkstoffe	873
2	Werkstoffe der Vakuumtechnik	874
2.1	Metalle	874
2.2	Technische Gläser	881
2.3	Keramische Werkstoffe	885
2.4	Kunststoffe	887
2.5	Vakuumfette	889
2.6	Öle	890
2.7	Kühlmittel	890
3	Gasdurchlässigkeit und Gasabgabe von Werkstoffen	890
3.1	Allgemeines	890
3.2	Gasdurchlässigkeit	891
3.3	Gasabgabe	897
	Literatur	906
32	Verbindungen der Vakuumtechnik	909
	Ute Bergner	
1	Einleitung	909
2	Verbindungstechnologien in der Vakuumtechnik	910
2.1	Unlösbare Verbindungen	910
2.2	Lösbare Verbindungen	924
	Literatur	939

33 Bauelemente der Vakuumtechnik	941
Ute Bergner	
1 Einleitung	941
2 Vakuumhygiene	942
3 Komponenten	947
3.1 Standardkomponenten und Kammern	947
3.2 Mechanische Durchführungen	956
3.3 Ventile	958
4 Elektrische Durchführungen	965
4.1 Isolierwerkstoffe	966
4.2 Elektrische Durchführungen mit Aluminiumoxidkeramik	966
4.3 Elektrische Durchführungen mit Glas oder Glaskeramik	967
4.4 Elektrische Durchführungen	968
4.5 Elektrische Parameter und ihr Einfluss auf die Bauart von Durchführungen	969
5 Optische Durchführungen [25]	972
5.1 Schaugläser	973
5.2 Optische Faserdurchführungen (OFD)	974
6 Wärmezufuhr- und -ableitung	976
6.1 Temperaturmessung im Vakuum	976
6.2 Prozesswärme zuführen und abführen	977
6.3 Konditionierung von Vakuumanlagen und Schutz vor Ablagerungen	978
Literatur	982
34 Berechnung und Regelung von Vakuumssystemen	985
Karl Jousten und Uwe Meissner	
1 Elektronische Anbindung von Vakuumssystemen	985
1.1 Überwachung durch Prozesssensoren und automatisierte Datenauswertung	985
1.2 Integrationslösungen	988
2 Berechnung von Vakuumssystemen	995
2.1 Analytische und numerische Berechnung	995
2.2 Berechnung mit Netzwerken	996
2.3 End- und Arbeitsdruck in Vakuumssystemen	999
3 Druckregelung	1004
Literatur	1005
35 Arbeitstechnik im Grob- und Feinvakuum	1007
Karl Jousten	
1 Überblick	1007
2 Aufbau einer Grobvakuumanlage oder -apparatur	1009
3 Pumpen, Art und Saugvermögen	1010

4	Pumpstände für Grobvakuum	1011
5	Dichtungen	1012
6	Druckmessung im Grobvakuum	1013
7	Druck und Auspumpzeit im Grobvakuum	1013
8	Belüften	1018
9	Arbeitstechnik im Feinvakuum	1019
9.1	Überblick	1019
9.2	Aufbau einer Feinvakuum-Apparatur	1020
9.3	Pumpen: Art und Saugvermögen	1020
9.4	Druckmessung	1021
9.5	Auspumpzeit und Enddruck	1021
9.6	Belüften	1025
9.7	Feinvakuumpumpstände	1026
36	Arbeitstechnik im Hochvakuum	1031
Karl Jousten		
1	Pumpen: Art und Saugvermögen	1031
2	Reinigung der Vakuummeter	1032
3	Hochvakuumpumpstände	1033
3.1	Hochvakuumpumpstand mit Diffusionspumpe	1034
3.2	Hochvakuumpumpstand mit Turbomolekularpumpe	1041
3.3	Der vollautomatische Hochvakuumpumpstand	1045
4	Auspumpzeit	1046
37	Arbeitstechnik im Ultrahochvakuum	1049
Karl Jousten		
1	Überblick	1049
2	UHV-Pumpen: Betriebshinweise	1050
2.1	Adsorptionspumpen	1051
2.2	Ionenzerstäuberpumpen	1051
2.3	Titanverdampferpumpen	1052
2.4	Turbomolekularpumpen	1053
2.5	Kryopumpen	1053
2.6	Volumengetter-(NEG-)Pumpen	1054
3	Dichtungen	1054
4	Druckmessung	1054
5	Auspumpzeit, Enddruck und Evakuierungstechnik	1055
6	Belüften	1056
7	Ultrahochvakuum-Systeme	1056
8	Ultrahochvakuum-(UHV-)Bauelemente	1056
9	Ultrahochvakuum-(UHV-)Pumpstände	1056
9.1	Ultrahochvakuum-(UHV-)Großanlagen	1060
Literatur		1063

38 Lecksuchtechniken	1065
Werner Große-Bley	
1 Überblick	1065
1.1 Vakuumlecksuche	1066
1.2 Überdrucklecksuche	1067
1.3 Prüfgasverteilung vor einem Leck in der Atmosphäre	1068
1.4 Messergebnisse mit der Schnüffelmethode	1069
1.5 Prüfgase	1071
2 Eigenschaften von Lecks	1072
2.1 Leckagerate, Einheiten	1072
2.2 Leckarten	1073
2.3 Eigenschaften von Porenlecks	1074
3 Überblick über die Lecksuchverfahren (siehe auch DIN EN 1779)	1080
3.1 Allgemeine Hinweise zur Dichtheitsprüfung	1080
3.2 Verfahren ohne Prüfgas (Druckprüfungen)	1081
3.3 Verfahren mit Prüfgas	1085
4 Lecksuchverfahren mit Heliumleckdetektoren	1088
4.1 Eigenschaften des Heliumleckdetektors	1088
4.2 Prüfung von Komponenten	1089
4.3 Prüfung von Vakumanlagen	1093
4.4 Überdruck-(Schnüffel-)Lecksuche mit dem Heliumleckdetektor	1098
5 Lecksuchverfahren mit anderen Prüfgasen als Helium	1100
5.1 Allgemeines	1100
5.2 Schnüffellecksuche an Kälte-/Klimaanlagen	1100
6 Industrielle Dichtheitsprüfung von Bauteilen in der Serienfertigung	1101
6.1 Allgemeines	1101
6.2 Industrielle Prüfung von Serienbauteilen	1102
6.3 Prüfung von hermetisch verschlossenen Komponenten durch Drucklagerung („Bombing“, Methode B5 in DIN EN 1779)	1104
6.4 Prüfung von Lebensmittelverpackungen in der Folienprüfammer	1105
Literatur	1106
Produktmatrix	1107
Sachverzeichnis	1115

Mitarbeiterverzeichnis

Ute Bergner VACOM Vakuum Komponenten & Messtechnik GmbH, Jena, Deutschland

Christian Day Karlsruher Institut für Technologie KIT, Karlsruhe, Deutschland

Jürgen Dirscherl Vacuubrand GmbH & Co., Wertheim, Deutschland

Robert Ellefson REVac Consulting, Dayton, USA

Uwe Friedrichsen Busch Produktions GmbH, Maulburg, Deutschland

Klaus Galda Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

Harald Grave GEA Wiegand GmbH, Karlsruhe, Deutschland

Werner Große-Bley ILP, Inficon GmbH, Köln, Deutschland

Karl Jousten Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

Alfons Jünemann Flowserve SIHI GmbH, Itzehoe, Deutschland

Boris Kossek Busch Produktions GmbH, Maulburg, Deutschland

Erik Lippelt Busch Produktions GmbH, Maulburg, Deutschland

Paolo Manini SAES Getters SpA, Lainate, Italien

Uwe Meissner MKS Instruments, Dresden, Deutschland

Felix Sharipov Departamento de Física, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brasilien

Erläuterung einiger häufiger verwendeter Abkürzungen

AISI	American Iron and Steel Institute
BAG	Bayard-Alpert-Gauge
BP	Boiling point = Siedepunkt = Siedetemperatur
CF	Conflat(-Flansch)
DIN	Deutsches Institut für Normung
DN	Diameter nominal (Nennweite, früher NW)
FP	Fusing point = Schmelzpunkt = Schmelztemperatur
GB	Gasballast
HV	Hochvakuum
ISO	International Standardization Organisation
ITS-90	Internationale Temperatur Skala von 1990
IUPAP	International Union for Pure and Applied Physics
IVC	International Vacuum Congress
KF	Kleinflansch
LF	Leichtflansch = Klammerflansch
LHe	Liquid Helium = flüssiges Helium
LN ₂	Liquid Nitrogen = flüssiger Stickstoff
NEG	Non evaporable getter
NTP	Normal Temperature Pressure = bei Normtemperatur und Normdruck, hier meist nicht verwendet; siehe (T_n , p_n)
OFHC	Oxygen free high conductivity copper
PF	Pneurop Flansch
PNEUROP	Europäisches Komitee der Hersteller von Kompressoren, Vakuum-pumpen und Druckluftwerkzeugen
PTB	Physikalisch Technische Bundesanstalt
QCF	Quick-Conflat(-Flansch)
QMS	Quadrupol-Massenspektrometer
RGA	Residual gas analyser (Funktion eines QMS)
SI	Système International d'Unites = Internationales Einheitenystem

(T_n, p_n)	Kennzeichnung der Einheit des Volumens einer Gasmenge im Normzustand, also bei Normtemperatur T_n und Normdruck p_n (z. B. m^3 (T_n, p_n), hier anstelle von m^3 (NTP) verwendet)
TP	Tripelpunkt(-stemperatur)
UHV	Ultrahochvakuum

Glossar

Symbol	Größe	Einheit
a	Abstand	m
α	Temperaturleitfähigkeit	m/s
a	Schallgeschwindigkeit	m/s
α_E	Energieakkommotionskoeffizient	1
A	Fläche	m^2
A_K	Oberfläche einer Kugel	m^2
A_K	Querschnitt einer Kapillaren	m^2
A_m	Spezifische Oberfläche	m^2/kg
A_p	Effektive Pumpfläche eines Vakuumbehälters, wirksame Ansaugfläche einer Pumpe	m^2
A_r	Relative Atommasse	1
A_S	Innere Oberfläche eines Vakuumbehälters	m^2
\tilde{b}	Flächenbezogene adsorbierte Gasmenge pV	$\text{Pa L}/\text{m}^2$
\tilde{b}_n	Flächenbezogene adsorbierte Gasmenge pV bei Normtemperatur	$\text{Pa L}/\text{m}^2$
B	Magnetfeldstärke	T
B''	2. Virialkoeffizient	Pa^{-1}
c	Absolutgeschwindigkeit	m/s
\bar{c}	Mittlere thermische Geschwindigkeit	m/s
C	Leitwert	W/s
C	Wärmekapazität	J/K
CF	Korrekturfaktor einer Anzeige	1
C_{molar}	Molare Wärmekapazität	$\text{J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$
C_p	Wärmekapazität bei konstantem Druck,	J/K
c_p	spezifisch Wärmekapazität b. k. Druck	$\text{J K}^{-1} \text{ kg}^{-1}$
C_s	Strahlungskenngröße	$\text{W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$
C_V	Wärmekapazität bei konstantem Volumen	J/K
c_V	spezifische Wärmekapazität b. k. Vol.	$\text{J K}^{-1} \text{ kg}^{-1}$
c_w	Wahrscheinlichste Geschwindigkeit eines Maxwell-Boltzmann Ensembles	m/s
d	Geometrische Größe wie Durchmesser, Dicke etc.	m

(Fortsetzung)

Symbol	Größe	Einheit
D	Diffusionskoeffizient	cm^2/s
D_0	Temperaturunabhängige Diffusionskoeffizientkonstante	cm^2/s
E_{ad}	Adsorptionswärme	kJ/mol, eV
E_{akt}	Aktivierungsenergie	kJ/mol, eV
E_{des}	Desorptionsenergie	kJ/mol, eV
E_{dif}	Platzwechselenergie bei der Diffusion	kJ/mol, eV
E_{kin}	Kinetische Energie	J, eV
E_S	Löslichkeitsenthalpie	kJ/mol, eV
f	Thermodynamischer Freiheitsgrad	1
f	Normierter Bruchteil einer physikalischen Größe	1
F	Kraft	N
F_R	Reibungskraft	N
F	Fehler einer Anzeige	1
G	Elektrischer Leitwert	Ω^{-1}
G	Verstärkungsfaktor	1
g	Schwerebeschleunigung	m/s^2
H	Enthalpie	J
h	Höhe	m
h	Spezifische Verdampfungsenthalpie	J, eV
i	Zähler für eine abzählbare Menge	1
I	Strom	A
I'	Ionenstrom	A
I_e	Elektronenstrom	A
j	Flächenstromdichte	$\text{m}^{-2} \text{ s}^{-1}$
j_{ad}	Adsorptionsstromdichte	$\text{m}^{-2} \text{ s}^{-1}$
j_{des}	Desorptionsstromdichte	$\text{m}^{-2} \text{ s}^{-1}$
j_{dif}	Diffusionsstromdichte	$\text{m}^{-2} \text{ s}^{-1}$
j_N	Teilchenstromdichte	$\text{m}^{-2} \text{ s}^{-1}$
j_{rek}	Rekombinationsrate in Moleküle pro Zeit	s^{-1}
j_{perm}	Permeationsstrom	$\text{m}^{-2} \text{ s}^{-1}$
j_V	Volumenstromdichte	m/s
k	Boltzmannkonstante, auch Proportionalitätskonstante	J/K
K	Proportionalitätskonstante	
K	Kompressionsverhältnis	1
K_{perm}	Permeationskonstante	$\text{L s}^{-1} \text{ cm}^{-1}$
K_S	Löslichkeitskonstante	1
Kn	Knudsenzahl	1
l	Länge	m
\bar{l}	Mittlere freie Weglänge	m
m	Masse	kg
m	Modulationsgrad	1
m	Exponent, z. B. für Anzeige-Druck-Beziehung	1
m_T	Masse eines einzelnen Gasteilchens	kg

(Fortsetzung)

Symbol	Größe	Einheit
M	Drehmoment	N m
M, M_{molar}	Molare Masse eines Stoffes	kg/mol
M_r	Relative Atommasse (amu)	1
n	Anzahl einer abzählbaren Menge	1
n	Volumenbezogene Anzahldichte von Atomen oder Molekülen	m^{-3}
\tilde{n}	Flächenbezogene Anzahldichte von Atomen oder Molekülen	m^{-2}
n_G	Volumenbezogene Anzahldichte von Gasteilchen	m^{-3}
n_L	Im Festkörper gelöste Teilchenanzahldichte	m^{-3}
\tilde{n}_{mono}	Flächenbezogene Anzahldichte einer Monoschicht	m^{-3}
n_n	Anzahldichte bei Normbedingungen	m^{-3}
n_S	Flächenbezogene Anzahldichte von Teilchen auf einer Oberfläche	m^{-2}
N	Teilchenzahl	1
N	Umdrehungszahl	1
N_A	Avogadrokonstante	1
N_{ad}	Adsorbierte Teilchenzahl	1
p	Druck	Pa
p_A	Ansaugdruck einer Pumpe	Pa
p_K	Kritischer Druck, Vorpakuumfestigkeit	Pa
p_K	Kammerdruck	Pa
p_n	Druck bei Normbedingungen	Pa
p_S	Sättigungsdampfdruck	Pa
p_V	Vordruck (Auslassdruck) einer Hochvakuumpumpe	Pa
P	Impuls	kg m/s
P	Leistung	W
P	Durchlaufwahrscheinlichkeit	1
P_{Ho}	siehe $W\varphi$	
P_{ion}	Differentielle Ionisierung	cm^{-1}
q_N	Teilchenstrom	s^{-1}
q_{pV}	Energieflussrate oder Gasmengenflußrate $d(pV)/dt$	Pa L/s
q_ν	Molare Flussrate	mol/s
Q	Ladung	C
Q	Wärmemenge	J
Q_e	Ladung einer Elektronenwolke	C
\dot{Q}	Heizleistung, Wärmeleistung, Saugleistung	W
r	Radius	m
R	Allgemeine Gaskonstante	$\text{J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
R	Elektrischer Widerstand	Ω
Re	Reynoldszahl	1
R_S	Spezifische Gaskonstante	$\text{J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$
RA	Restabbremsung	s^{-1}
s	Haftwahrscheinlichkeit, Sticking probability	1
s_0	Haftwahrscheinlichkeit bei leerer Oberfläche	1

(Fortsetzung)

Symbol	Größe	Einheit
s_w	Wanddicke	m
S, S_{pump}	Saugvermögen, Sauggeschwindigkeit	L/s
S	Vakuummeterkonstante	Pa ⁻¹
S	Entropie	J/K
S_A	Flächenbezogenes Saugvermögen	L s ⁻¹ cm ⁻²
S_{eff}	Effektives Saugvermögen einer Pumpe an einem Rezipienten	L/s
S_N	Nennsaugvermögen	L/s
t	Zeit	s
t_{aus}	Ausgasungszeit	s
t_B	Betriebsdauer, Standzeit	s
t_{mono}	Zeit zur Bildung einer Monolage auf einer Oberfläche	s
T	Thermodynamische (absolute) Temperatur	K
T_D	Sutherland-Konstante (Verdopplungstemperatur)	K
T_n	Normtemperatur (273,15 K)	K
T_w	Wandtemperatur	K
u	Relativgeschwindigkeit	m/s
u	Atommassenkonstante	kg
v	Geschwindigkeit	m/s
U	Elektrische Spannung, Potenzial	V
U	Innere Energie	J
U_H	Hochspannung	V
V	Volumen	m ³
V_{mol}	Molvolumen	m ³ /mol
$V_{\text{molar, n}}$	Volumen bei Normbedingungen pro Mol	m/mol
W	Aufgewendete Arbeit	N m
W_0	Pumpwahrscheinlichkeit, Ho-Faktor	1
W_K	Wachstumsgeschwindigkeit eines Kondensats	m/s
x	Abstand, allgemein Variable für Längendimension	m
x_{diff}	Diffusionslänge	m
y	Variable für Längendimension	m
y	Eigenvolumen dividiert durch Zustandsvolumen (reales Gas)	1
Z	Strömungswiderstand	s L ⁻¹
α	Wärmeausdehnungskoeffizient	K ⁻¹
β	Energieakkommotionskoeffizient	1
ε	Emissionsgrad	1
ε	Empfindlichkeit	
ε	Leistungsziffer (Kälteanlage)	1
ε	Potenzialminimum des Lennard-Jones-Potenzial	J
θ	Bedeckungsgrad einer Monolage	1
η	Viskosität	Pa s
κ	Isentropenexponent	1
L	Wärmeleitungs koeffizient	W m ⁻¹ K ⁻¹
Λ_V	Verdampfungswärme	kJ/mol, eV

(Fortsetzung)

Symbol	Größe	Einheit
$\tilde{\mu}$	Adsorbierte Gasmenge pro Masse Adsorbens	Pa L/kg
$\tilde{\mu}_n$	Adsorbierte Gasmenge pro Masse Adsorbens bei Normtemperatur	Pa L/kg
ν	Frequenz	s ⁻¹
ν	Stoffmenge	mol
ν_0	Grundfrequenz der Schwingung adsorbiertter Teilchen	s ⁻¹
ρ	Massendichte	kg/m ³
σ	Ionisierungsquerschnitt	m ²
σ	Stoßquerschnitt	m ²
σ	Oberflächenspannung	N/m = Pa m
σ	Stefan-Boltzmann-Konstante	W m ⁻² K ⁻⁴
σ_{eff}	Effektiver Impuls austauschkoefizient	1
σ_K	Kondensationswahrscheinlichkeit	1
σ_t	Tangentialer Impuls austauschkoefizient	1
τ	Schwingungsdauer, Zeitintervall	s
τ	Mittlere Zeit zwischen zwei Stößen	s
τ_0	Dauer der Grundschwingung adsorbiertter Teilchen	s
ϑ	Temperatur in Grad Celsius	°C
Θ	Trägheitsmoment	kg m ²
χ	Volumenanteil	1
χ	Volumenstoßrate	m ⁻³ s ⁻¹
ω	Kreisfrequenz	s ⁻¹
Ω	Stoßintegral	1



Geschichte der Vakuumtechnik

1

Karl Jousten

Zusammenfassung

Die Geschichte der Vakuumtechnik beginnt mit Evangelista Torricelli und Otto von Guericke im 17. Jahrhundert. Sie entkräfteten die philosophischen Überlegungen, dass es ein Vakuum nicht geben könne, indem sie es einfach herstellten. Im späten 19. Jahrhundert begann die industrielle Anwendung der Vakuumtechnik, die sich daraufhin selbst zu einem Industriezweig entwickelte. Mit der Entwicklung der Halbleiterindustrie in der zweiten Hälfte des 20. Jahrhunderts stieg die Vakuumtechnik zu einer der Schlüsseltechnologien unserer heutigen Hochtechnologie auf.

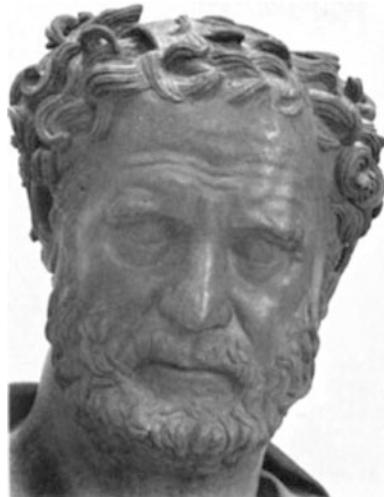
Im vorsokratischen Griechenland suchten die Philosophen die Konstanz in der Wirklichkeit, das, was hinter den alltäglichen Erscheinungen steht. So nahm der griechische Philosoph *Demokrit* (Abb. 1, etwa 460 bis 375 v. Chr.) an, dass die Welt aus vielen kleinen unteilbaren Einheiten, den Atomen (*atomos*, griechisch: „unteilbar“), bestehe. Zwischen ihnen gäbe es nur das Nichts, den leeren Raum, in dem sich die Atome nach den mechanischen Gesetzen bewegen. Die unterschiedliche Gestalt, Lage und Anordnung der Atome sei der Grund für die Verschiedenheit der Dinge. Aufgrund seiner Philosophie kann man Demokrit mit seinem Lehrer Leukipp als den ersten ideellen Entdecker des Vakuums bezeichnen. Der leere Raum war für ihn die Voraussetzung für die Vielfalt der Welt, weil sich so die Atome bewegen und unterschiedlich anordnen können. Unser heutiges physikalisches Weltbild entspricht dieser Idee Demokrits sehr weitgehend, aber die Philosophie Demokrits war nicht die, die das Denken bis ins 16. Jahrhundert prägen sollte.

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

Abb. 1 Demokrit.
Bronzestatue um 250 v. Chr.,
Nationalmuseum Neapel



Denn es war *Aristoteles* (384 bis 322 v. Chr.), dessen Philosophie das Altertum und das Mittelalter bis in die Neuzeit hinein in Europa bestimmte. Aristoteles äußerte sich in seinem Buch „Physica“ [1], etwa 330 v. Chr., ablehnend zur Existenz eines leeren Raums. Wo nichts sei, könne auch kein Raum sein, weil er durch nichts definiert werden könne. Also könne es in der Natur kein Vakuum (lateinisch: „leerer Raum, die Leere“) geben. Nach Aristoteles bestand die Natur aus Wasser, Erde, Luft und Feuer. Das leichteste dieser vier Elemente, das Feuer, wäre aufwärts gerichtet, das schwerste, die Erde, abwärts. Die Natur könne auch deshalb kein Vakuum erlauben, weil in ihm kein „Oben“ und „Unten“ definiert werden könne. Um 1300 prägten die Scholastiker den Begriff „Horror Vacui“, die „Furcht der Natur vor dem Vakuum“. Die Natur verabscheue leere Räume und, wo immer ein solches Vakuum drohe, würde sie dasselbe sofort ausfüllen.

Etwa um 1600 jedoch wurde in den wissenschaftlich-philosophischen Kreisen Italiens, etwas später auch in Frankreich und in Deutschland, die Möglichkeit eines Volumens ohne irgendwelche Materie darin wieder heftig diskutiert. Um diese Zeit wurden die ersten Wissenschaftler von der römischen Inquisition auf dem Scheiterhaufen verbrannt (Giordano Bruno 1600).

Im Jahre 1613 versuchte *Galileo Galilei* in Florenz, das Gewicht und die Dichte der Luft zu bestimmen, indem er eine Glasflasche wog, die komprimierte Luft oder Luft bei atmosphärischem Druck enthielt. Er fand einen Dichtewert von 2,2 g/L (exakter Wert nach heutigen Messungen 1,3 g/L). Dies war ein großer Schritt vorwärts. Nun war klar, dass Luft als Materie mit einem Gewicht angesehen werden musste, so dass anzunehmen war, dass die Luft auch irgendwie aus einem Volumen entfernt werden könnte. 1630 diskutierte Galilei mit dem Genueser Wissenschaftler *Baliani* die Wasserversorgung von Genua. In dieser Korrespondenz teilte Galilei mit, dass er schon seit langem wisse, dass die maximale Höhe einer Wassersäule, die mit einer Saugpumpe erreicht werden könne, etwa 34 Fuß betrage. Baliani antwortete,

dass er als Ursache dafür den begrenzten Atmosphärendruck vermute. Aus diesen Diskussionen kann man folgern, dass im Italien des frühen 17. Jahrhunderts bereits der Grund für Experimente gelegt worden war, die 1640 von *Gasparo Berti* und 1644 von *Evangelista Torricelli*, einem Professor in Florenz, durchgeführt wurden. Torricellis Experiment sollte eines der Schlüsselexperimente für die Naturwissenschaft werden.

Torricelli füllte eine auf einer Seite offene Glaskröse von ungefähr 1 m Länge mit Quecksilber und verschloss das offene Ende mit dem Daumen. Die Röhre wurde umgedreht und das mit dem Daumen verschlossene Ende in ein Quecksilberbad getaucht. Der Daumen wurde zurückgezogen, so dass das Quecksilber in der Röhre in direktem Kontakt mit dem des Bades stand. Das Quecksilber in der Röhre sank auf eine Höhe von 76 cm über dem Quecksilberspiegel des Reservoirs. Eine Zeichnung von Torricellis bahnbrechendem Experiment ist in Abb. 2 gezeigt.

Mit Hilfe dieses Experiments wurde bewiesen, dass der Raum in der Glaskröse über dem Quecksilber in der Tat ein Vakuum sein musste: Die Höhe des Quecksilberspiegels war unabhängig vom Volumen im Röhrchen über dem Spiegel und dieser Raum konnte von unten vollständig mit Wasser gefüllt werden. Es war der erste erfolgreiche und die wissenschaftlichen Kreise überzeugende Versuch, Vakuum zu erzeugen! Das 4 Jahre zuvor von Berti mit Wasser durchgeführte Experiment hatte nicht diesen durchschlagenden Erfolg.

1646 erfuhr *Blaise Pascal* (Abb. 3) in Frankreich von Torricellis Experiment durch den Mathematiker Pierre Petit. Pascal wiederholte das Experiment auch mit anderen Flüssigkeiten und fand, dass die maximale Höhe umgekehrt proportional zur Dichte der jeweiligen Flüssigkeit war. Pascal war gut mit dem Philosoph Descartes bekannt und sie entwickelten ein Jahr später in einer Diskussion die Idee, dass es mit der Torricelli'schen Röhre möglich sein müsse, den Luftdruck in verschiedenen Höhen zu bestimmen.

Abb. 2 Torricelli bewies mit diesem Experiment, dass die Höhe des Quecksilberspiegels nicht vom Volumen über demselben abhängt. Aus [2]

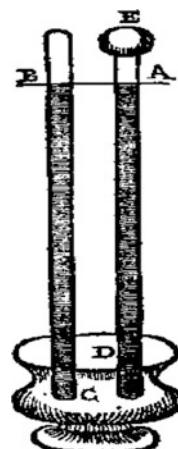


Abb. 3 Porträt von Blaise Pascal



Pascal schrieb einen Brief an seinen Schwager *Florin Périer*, der in der Nähe des steilen Bergs Puy de Dôme lebte, und bat ihn, das Experiment durchzuführen. Périer bestieg am 19. September 1648 [3] mit einer Reihe von Männern, die als Zeugen fungierten, den 1500 m hohen Puy de Dôme und protokollierte die Quecksilberhöhe an verschiedenen Punkten des Aufstiegs. Vom Fuß des Berges bis zur Spitze betrug die Differenz der Quecksilberhöhe 8 cm. Pascal war hoch erfreut: Die erste Druckmessung war gelungen! Leider konnte Torricelli diesen Triumph nicht mehr erleben. Er war ein Jahr zuvor gestorben.

Trotz dieser Experimente hielt die Diskussion zwischen den „Plenisten“ (ein Vakuum ist in der Natur nicht möglich) und den „Atomisten“ oder „Vakuisten“ (Vakuum muss es geben) an. Einer der führenden Vakuisten war *Otto von Guericke*, Bürgermeister in Magdeburg von 1645 bis 1676 (Abb. 4).

Er war der erste deutsche Wissenschaftler, der dem Experiment einen klaren Vorzug vor intellektuellen Überlegungen gab, um Fragen über die Natur zu beantworten.

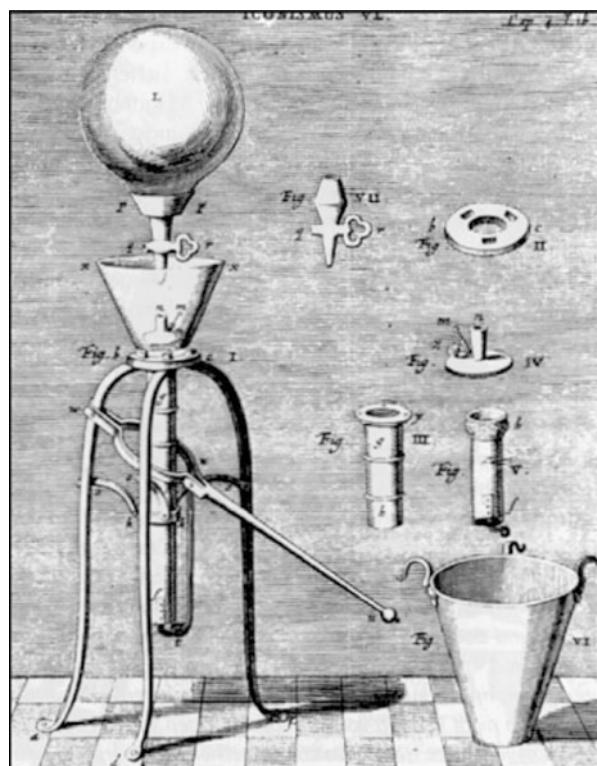
Um 1650 versuchte Guericke, ein Vakuum in einem speziell gedichteten hölzernen Fass zu erzeugen, indem er das zuvor eingefüllte Wasser mit einer Wasserpumpe der Magdeburger Feuerwehr auspumpte. Das Experiment scheiterte: Mit großem Getöse drang die Luft wieder in den leeren Raum über dem Wasser ein. Nach diesem Misserfolg ließ Guericke eine Kupferkugel bauen, doch als diese luftleer gepumpt wurde, fiel die Kugel lautstark in sich zusammen. Guericke vermutete richtigerweise, dass der auf sie wirkende Luftdruck zu stark war, und ließ eine dickere und besser geformte Kugel bauen. Dieses Mal war er erfolgreich, musste jedoch nach einigen Tagen feststellen, dass die Luft durch den Kolben der Pumpe und die Dichtungen der Ventile langsam wieder in das Gefäß eindrang. Er konstruierte eine neue Pumpe, bei der diese Teile durch Wasser gedichtet wurden, eine Idee, die auch heute noch in Vakuumpumpen benutzt wird, nur dass statt Wasser heute Öl benutzt wird.

Guerickes dritte Version einer Pumpe (Abb. 5) war eine Pumpe, mit der die Luft direkt aus einem Gefäß gepumpt werden konnte. Mit Guerickes Pumpen war es nun möglich, Vakua in viel größeren Volumina zu erzeugen als mit der Torricelli'schen Röhre.

Abb. 4 Porträt Otto von Guericke 1672. Stich nach einer Vorlage von Cornelius Galle d. J. Aus [4]



Abb. 5 Guerickes Luftpumpe Nummer 3. Bauart für den Kurfürsten Friedrich Wilhelm 1663. Aus [4]



Das Wort „Pumpe“ wird immer noch für Vakuumpumpen verwendet, obwohl diese eigentlich Kompressoren für verdünnte Gase sind. Der Grund hierfür ist, dass der Ursprung der Vakuumpumpe die Wasserpumpe einer Feuerwehr ist.

Guericke war auch ein äußerst erfolgreicher Darsteller seiner Kenntnisse. 1654 führte er mehrere spektakuläre Experimente auf dem Deutschen Reichstag in Regensburg durch. Das wohl berühmteste Experiment, das zur Demonstration der neuen Vakuumtechnik durchgeführt wurde, war jedoch das, das Guericke zum ersten Mal 1657 in Magdeburg durchführen ließ.

Guericke verwendete zwei Halbkugeln mit einem Durchmesser von etwa 40 cm, die „Magdeburger Halbkugeln“. Eine der Halbkugeln besaß ein Ventil zum Evakuieren und Wiederverschließen. Die Dichtung zwischen den Halbkugeln bestand aus einem Lederring, getränkt mit einer Mischung aus Wachs und Terpentin. Jeweils acht Pferde zogen an den Halbkugeln, deren Innenraum zuvor evakuiert worden waren, und waren mit Mühe in der Lage, sie mit einem lauten Knall zu trennen (Abb. 6).

Die Neuigkeiten von Guerickes Experimenten verbreiteten sich in ganz Europa und seine Vakuumpumpe kann als eine der vier wichtigsten technischen Entwicklungen des 17. Jahrhunderts angesehen werden, neben dem Teleskop, dem Mikroskop und der Pendeluhr.

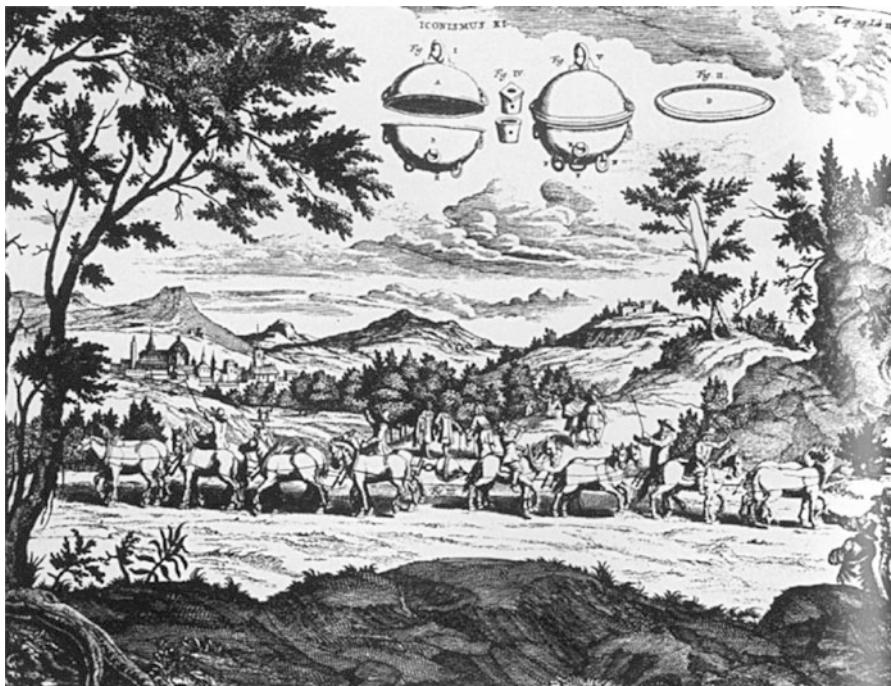


Abb. 6 Eine Abbildung von Guerickes Halbkugelexperiment, als er dieses dem deutschen Kaiser Ferdinand III vorführte. Aus [4]

Die neue Vakuumtechnologie ermöglichte viele interessante Experimente, die vor allem von Guericke und Schott in Deutschland, von Huygens in den Niederlanden und von Boyle und Hooke in England durchgeführt wurden.

Guericke zeigte, dass eine Glocke im Vakuum nicht zu hören ist, die Magnetkraft aber durch das Vakuum nicht beeinflusst wird. Um Vorgänge im Vakuum beobachten zu können, verwendete er vielfach anstelle der Metallbehälter Glasbehälter. Als solche benutzte er Arznei-Vorratsflaschen, die „recipienten“ hießen, ein Ausdruck, der sich für Vakuumgefäße bis heute erhalten hat. Guericke stellte eine Kerze in ein Glasgefäß und stellte fest, dass diese beim Evakuieren langsam erloschte. Huygens legte ein Stück Butter in die Mitte eines Vakuumgefäßes und stülpte nach dem Evakuieren eine heiße Eisenkappe über das Gefäß. Die Butter schmolz nicht, obwohl das Vakuumgefäß heiß wurde. Tiere wurden in Vakuumkammern gesteckt und starben auf grausame Art und Weise. Guericke evakuierte die Luft über einem Glasgefäß, in dem sich Fische befanden. Die meisten Fische blähten sich auf und starben.

Experimente dieser Art ließen sich später gerne adlige Gesellschaften im 17. und 18. Jahrhundert zur Unterhaltung vorführen (Abb. 7).



Abb. 7 „Experiment on a bird in the air pump“, 1768, von Joseph Wright, National Gallery, London. Ein Kakadu (*oben in der Bildmitte*) ist in einen Glasbehälter gesteckt worden, der nun leer gepumpt wird. Der „Experimentator“ in der Mitte bewegt die Pumpenkolben und hat die linke Hand am Stopfen, um den benommenen, zu Boden gesunkenen Vogel wieder „auferstehen“ zu lassen. Der Mann *links* unter dem Experimentator stoppt die Zeit bis zum möglichen Tod des Vogels

Jedoch wurden auch wissenschaftliche Experimente durchgeführt. *Huygens* stellte fest, dass eine Feder in einem Vakuumrohr gleich schnell nach unten fiel wie ein Stück Blei. *Boyle* fand das Gesetz, dass für eine festgelegte Gasmenge das Produkt aus Druck und Volumen eine Konstante ist, während *Amontons* in Frankreich 1699 zeigen konnte, dass diese Konstante von der Temperatur abhing.

1673 versuchte Huygens einen Explosionsmotor zu bauen, der die Druckdifferenz zwischen Atmosphäre und Vakuum ausnutzen sollte, um schwere Lasten zu heben (Abb. 8).

Dazu wurde Schießpulver zusammen mit einer Lunte in den Behälter C gegeben, der sich am unteren Ende des Zylinders AB befand. Die heftige chemische Reaktion des Schießpulvers drückte die Luft durch die feuchten Lederschläuche EF heraus. Der Zylinder AB kühlte ab und durch das darin entstehende Vakuum wurden die Lederröhrchen zusammengedrückt und dichteten. Der Atmosphärendruck drückte den Kolben D hinunter und damit wurde das Gewicht G angehoben.

Bei den beschriebenen Experimenten wurde bald die Wichtigkeit der Verwendung von sorgfältig gereinigten Materialien deutlich. Ebenso mussten die Pumpen verbessert werden, wobei sich zunächst besonders *Hooke* und *Hawksbee* (1670–1713) hervortaten. Später entwickelte der Engländer *H. A. Fleuss* eine Kolbenpumpe, die er zu Ehren Guerickes „*Geryk*“ nannte.

Es dauerte allerdings bis 1855 bis *Geissler* in Deutschland mit einer neuen Pumpe wesentlich bessere Vakua erzielte. *Sprengel* verbesserte 1865 und 1873 diese Pumpe (Abb. 9 und 10), die das Prinzip von Torricelli benutzte. 10 kg Quecksilber mussten von Hand auf und ab bewegt werden, um eine Sauggeschwindigkeit von 0,004 L/s zu erreichen. Sechs Stunden wurden benötigt, um ein Gefäß von 6 L Volumen von einem Druck von 0,1 mm Quecksilbersäule (13 Pa) auf $2 \cdot 10^{-5}$ mmHg ($2,7 \cdot 10^{-3}$ Pa) zu bringen. Immerhin wurde zum ersten Mal Hochvakuum erreicht. *Edison* benutzte

Abb. 8 Huygens Explosionsmotor. Durch das im Behälter C explodierende Schießpulver wurde nach dem Abkühlen ein Vakuum erzeugt, das das Gewicht G anhob. Aus [3]

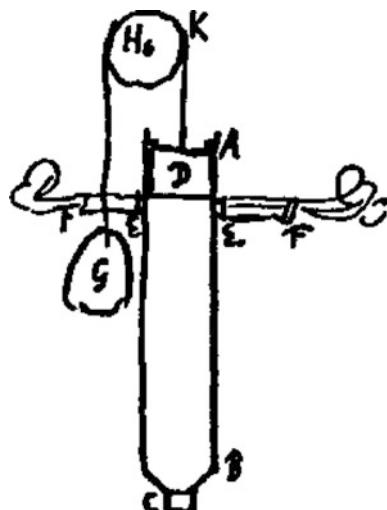
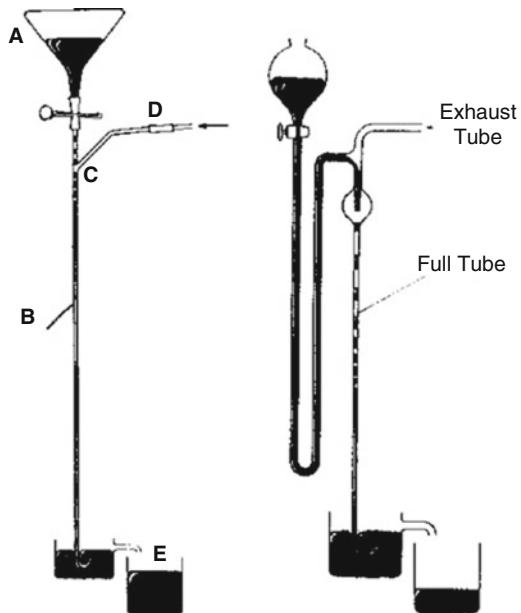


Abb. 9 Sprengels erste Quecksilberpumpen von 1865. Ein herunterfallendes Quecksilbertröpfchen bildete einen Kolben, der die darunter befindliche Luft nach unten trieb (Saugstutzen bei D bzw. „Exhaust Tube“). Später verbesserte Sprengel diese Pumpe durch einen Mechanismus für die Wiedergewinnung des Quecksilbers. Aus [5]



diese Pumpen in seinem Menlo Park, um die ersten Glühlampen 1879 zu evakuieren (Abb. 11).

Die ersten Wissenschaftler, die Vakuum erzeugten, hatten noch keine klare Vorstellung vom Vakuum. Dass Luft aus Atomen und Molekülen besteht, die durch eine Vakuumpumpe ausgedünnt werden, war nicht bekannt. Bis 1874 war die Torricelli'sche Röhre das einzige Vakuummessinstrument mit einem unteren Messbereich von etwa 0,5 mmHg (67 Pa) und man betrachtete das Vakuum als „absolut“ (als entweder vorhanden oder nicht), ähnlich der aristotelischen Philosophie, nicht als messbare Größe. Die Entwicklung der gaskinetischen Theorie von *Clausius*, *Maxwell* und *Boltzmann* einerseits und die Erfindung eines neuen Vakuummessgeräts durch *McLeod* 1874 andererseits, änderten dies. Das kurz „*McLeod*“ genannte Vakuummeter (Abb. 12), das auch heute noch an einigen Stellen benutzt wird, realisierte das Boyle'sche Gesetz.

Durch das Komprimieren eines Gases aus einem bekannten Volumen in ein kleineres Volumen wird der Druck des Gases so erhöht, dass er wieder mit einem Quecksilbermanometer gemessen werden kann. Kennt man das Kompressionsverhältnis, kann der ursprüngliche Druck berechnet werden.

Die Idee von Huygens (Abb. 8), die Druckdifferenz zwischen der Atmosphäre und einem Vakuum zu benutzen, wurde von dem Ingenieur *Thomas Newcomen* im frühen 18. Jahrhundert aufgegriffen, um eine Maschine zu bauen. Das Vakuum wurde mittels Dampf, der kondensiert wurde, erzeugt. Diese Maschinen wurden in England intensiv genutzt, um Wasser aus Bergbauminen zu pumpen, um Haushalte mit Wasser zu versorgen und um industriell genutzte Wasserräder bei Trockenheit zu versorgen. Diese Maschinen gab es 70 Jahre vor den ersten rotierenden Dampfmaschinen!

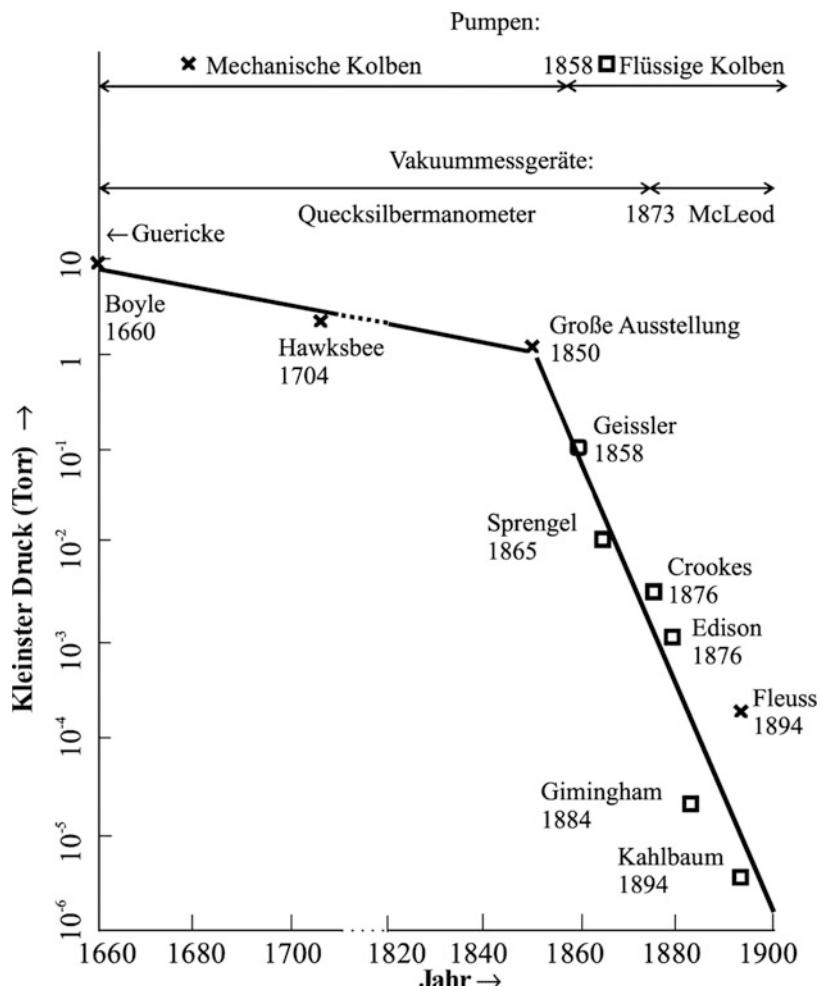


Abb. 10 Die Entwicklung der kleinsten erzeugten und gemessenen Drücke im Vakuum von 1660 bis 1900. Angaben aus [6]

Eine weitere interessante Entwicklung in der Geschichte der Vakuumtechnik waren die „atmosphärischen Eisenbahnen“ in der Mitte des 19. Jahrhunderts in England. Da die Dampflokomotiven jener Zeit sehr unzuverlässig, schmutzig, laut und schwer und gleichzeitig nicht in der Lage waren, größere Steigungen zu überwinden, verfolgten pfiffige Ingenieure den Plan, saubere, ruhige und leichte Züge zu bauen, die von einer Kraft gezogen würden, welche durch die Druckdifferenz zwischen Atmosphäre und Vakuum auf die Fläche eines Kolbens zwischen den Schienen erzeugt würde.

Brunel baute ein solches Eisenbahnsystem im Jahre 1846 an der Küste von South Devon in England.

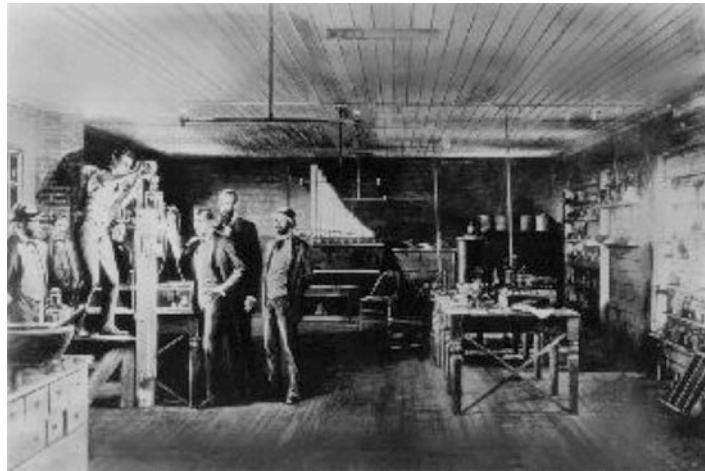


Abb. 11 Edisons Glühlampenproduktion in Menlo Park 1879. Der erhöht stehende Mann gießt Quecksilber in eine Sprengelpumpe (Abb. 9) zum Evakuieren der Glühlampe

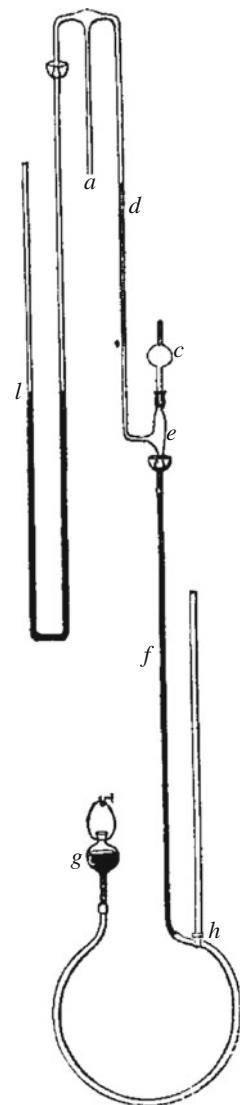
Innerhalb der Röhre zwischen den Schienen lief ein genau eingepasster Kolben, der von der Druckdifferenz angetrieben wurde (Abb. 13). Das Vakuum wurde von riesigen stationären Pumpen erzeugt, die in Abständen von etwa 5 km an der Strecke lagen. Die Unterseite des Triebwagens war an der Rückseite dieses Kolbens angekoppelt. Die longitudinale Dichtung an der Oberseite der Röhre bestand aus einem Lederband, das mit Eisen verstärkt war.

Eine Durchschnittsgeschwindigkeit von 103 km/h über eine Distanz von 6 km wurde für diese Züge berichtet: Eine atemberaubende Geschwindigkeit zu jener Zeit! Die atmosphärischen Eisenbahnen überdauerten jedoch keine lange Zeit. Es passierten Unfälle beim Start, die Triebwagenführer hatten kaum Kontrolle über die Fahrt des Zuges und die longitudinale Dichtung brachte große Schwierigkeiten mit sich, z. B. weil Ratten das Leder anfraßen.

In der Wissenschaft jedoch wären die großen Fortschritte in der zweiten Hälfte des 19. Jahrhunderts ohne die Vakuumtechnik nicht möglich gewesen. Die Gasentladungen waren zwar bereits zu Beginn des 18. Jahrhunderts von *Hauksbee* entdeckt worden, wesentliche Fortschritte wurden jedoch erst nach der Entwicklung der Geissler-Pumpe 1855 gemacht. 1858 fand *Plücker*, dass sich die Glühzone der Glaswand bei einer Gasentladung verschiebt, wenn ein Magnetfeld angelegt wird. 1860 entdeckte *Hittorf*, dass die Strahlen von einer Kathode einen sehr scharfen Schatten warfen, wenn ein Objekt zwischen Kathode und Glas gestellt wird. Die Forschung an diesen Kathodenstrahlen wurde durch viele Physiker fortgesetzt und führte schließlich zur Entdeckung des Elektrons als Bestandteil der Strahlen durch *Thomson* 1899.

Röntgen berichtete 1895, dass eine Entladung bei Drücken unter 1 Pa Strahlen produziert, die Luft, Fleisch und selbst dünne Metallfolien durchdringen. Er nannte sie X-Strahlen.

Abb. 12 Die ursprüngliche Form des McLeod-Vakuummeters [7]: (a) Messanschluss; (b) einfaches Siphon-Barometer; (c) Glaskolben mit einem Volumen von 48 ml und einem Volumenröhren am oberen Ende, das den gleichen Durchmesser wie die Druckmessröhre (d) besaß; (f) vertikales, 80 cm langes Röhrchen; (g) Quecksilberreservoir. Sobald das Quecksilber über (e) angestiegen ist, wird das Gas in (c) komprimiert und es ergibt sich eine um das Volumenverhältnis gesteigerte Höhendifferenz zwischen (d) und dem Volumenröhren in (c)



1887 entdeckte *Hertz* den photoelektrischen Effekt im Vakuum. 1890 wurden die Edelgase durch *Ramsey and Rayleigh* entdeckt. Alle diese Experimente halfen auch, die Natur des Vakuums besser zu verstehen, nämlich als die Ausdünnung von Gasatomen und Gasmolekülen. Mittlerweile war klar, dass jegliche Materie aus Atomen besteht.

1909 veröffentlichte *Knudsen* [9] eine breit angelegte Untersuchung über Gasflüsse durch lange, enge Rohre. Er unterteilte den Gasfluss in drei Bereiche: den molekularen Strömungsbereich bei so kleinen Drücken, dass die Teilchen nicht mehr

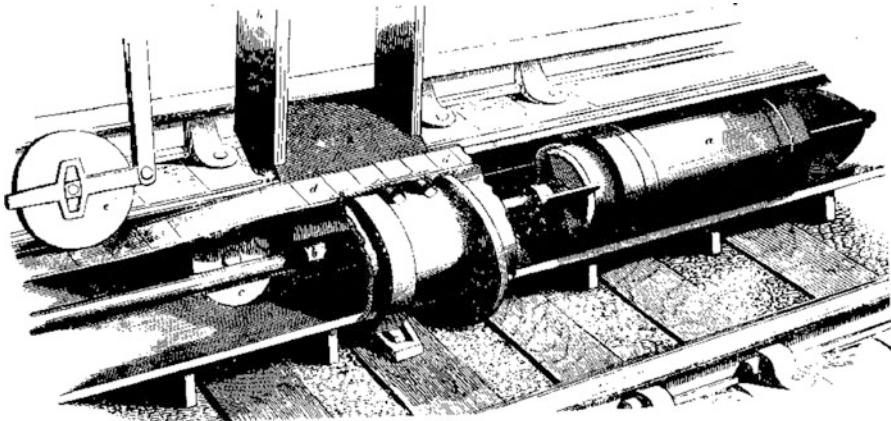


Abb. 13 Der Antriebsmechanismus der Vakuum-eisenbahn. Durch eine vor (*rechts*) dem Kolben (a) befindliche Vakuumpumpe wurde er durch den hinter ihm befindlichen Luftdruck vorwärts getrieben. (b) ist die Verbindung zum Zugwagen der Eisenbahn. Das Rad (c) öffnet das Längsventil (d), das Rad (e) schließt es wieder. Aus [8]

untereinander stoßen, sondern nur noch mit den sie umgebenden Wänden, den viskosen Strömungsbereich bei so hohen Drücken, dass die Bewegung der Teilchen nur durch die Stöße untereinander bestimmt wird, und einen Zwischenbereich. Diese Publikation kann als der Beginn der Vakuumphysik angesehen werden. Knudsen benutzte für seine Experimente die sogenannte Gaede-Pumpe. *Gaede*, ein Professor an der Universität in Freiburg, war der bedeutendste Entwickler von Vakuumpumpen seit Guericke. Gaedes Pumpe war eine rotierende Quecksilberpumpe (Abb. 14) und vom Prinzip her eine Torricelli'sche Röhre, die so gewunden war, dass ein kontinuierliches Pumpen durch eine Rotationsbewegung möglich war. Letztere wurde durch einen Elektromotor bewerkstelligt. Ihre Sauggeschwindigkeit war 10-mal größer als die der Sprengelpumpe und erzeugte Vakua von 1 mPa. Sie benötigte jedoch eine weitere Pumpe in Serie, weil sie das Gas nur bis etwa 1/100 des Luftdrucks komprimieren konnte.

Die Drehschieberpumpe wurde zwischen 1904 und 1910 entwickelt. Die Idee zu diesem Funktionsprinzip wurde bereits 1660 von einem Adligen namens *Prinz Rupprecht* gegeben [10]. Gaede optimierte die Drehschieberpumpe 1935 durch die Erfindung des Gasballasts, so dass auch kondensierbare Gase gepumpt werden konnten.

Gaede studierte Knudsens Arbeit sorgfältig und stellte 1912 auf einer Tagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft seine erste Molekularpumpe vor (Abb. 15) [11]. Er benutzte die Erkenntnis, dass Gasteilchen, die eine Wand treffen, eine Zeit lang an ihr haften bleiben und akkommodieren, bis sie die Wand wieder verlassen. Wenn also Gasteilchen eine sich schnell bewegende Wand treffen, werden sie die Geschwindigkeit derselben annehmen und sich in deren Bewegungsrichtung weiterbewegen. Pumpen dieser Art müssen Abstände von etwa 20 µm zwischen der sich schnell bewegenden Wand und der festen Wand haben sowie sehr hohe Umdre-

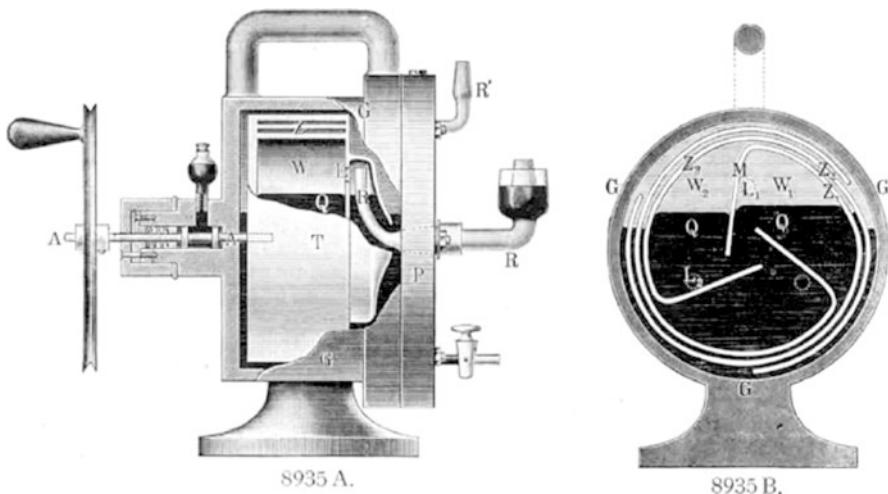


Abb. 14 Gaedes Quecksilber-Rotationspumpe. Der Saugstutzen befindet sich bei R. Mit freundlicher Genehmigung der Gaedestiftung bei der Leybold GmbH, Köln

hungsgeschwindigkeiten. Dies überforderte die damalige Technologie und die Pumpe scheiterte. 1958 jedoch benutzte *Becker* dieses Prinzip und erfand die Turbomolekularpumpe [12], die das Problem des engen Abstands etwas entspannte.

1915/16 entwickelten *Gaede* und *Langmuir* die Quecksilberdiffusionspumpe [13, 14]. Zwölf Jahre später wurde die Öldiffusionspumpe eingeführt, die bis zur Entwicklung der Turbomolekularpumpe die am weitesten verbreitete Pumpe blieb.

Auch die Vakuummesstechnik wurde weiter entwickelt (Abb. 16), indem andere druckabhängige Eigenschaften der Gase genutzt wurden: *Sutherland* schlug 1897 dazu die Gasreibung vor. *Langmuir* realisierte dieses Prinzip 1913 mit einer oszillierenden Glasfaser. Die Amplitudenabnahme der Oszillation gab ein Maß für den Druck. 1960 demonstrierte *J. W. Beams*, dass die Abnahme der Rotationsfrequenz einer im Vakuum aufgehängten magnetischen Kugel ebenfalls als Maß für den Druck herangezogen werden konnte. *Fremerey* optimierte dieses Vakuummeter in den 1970er-und -80er-Jahren. *Pirani* [15] nutzte die Druckabhängigkeit der thermischen Leitfähigkeit und baute 1906 das erste funktionsfähige Gerät. Von *Baeyer* zeigte im Jahre 1909, dass eine Triodenröhre als Vakuummessgerät genutzt werden kann. *Penning* erfand im Jahre 1937 die Kaltkathodenröhre, in der eine Entladung durch gekreuzte elektrische und magnetische Felder erzeugt wird. Während des Zweiten Weltkriegs wurden die Massenspektrometer entwickelt, die ein wesentliches Element für die Waffenentwicklung wurden.

In der Zeit nach dem Zweiten Weltkrieg glaubte man, dass die Diffusionspumpen aus irgendeinem nicht bekannten Effekt nicht in der Lage seien, Drücke kleiner als 10^{-8} Torr zu erzeugen. Die Saugvermögenskurven der Hersteller zeigten bei diesem Druck den Wert Null. Gemessen wurde der Druck mit Triodenröhren. Der Durchbruch kam im Jahre 1947 bei der Physical Electronics Konferenz, als *Nottingham* die

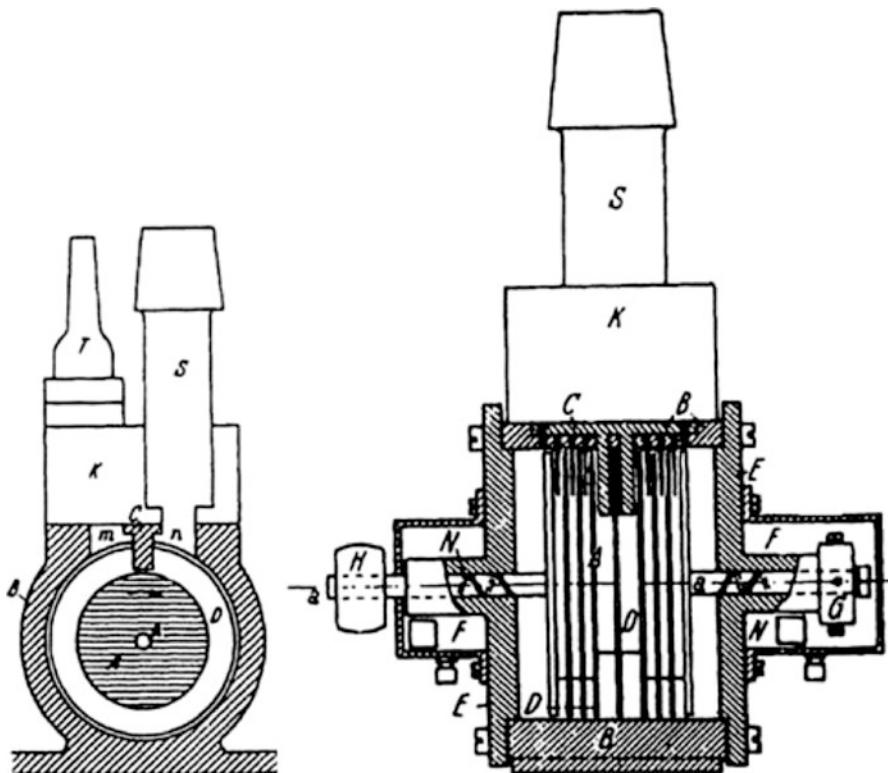


Abb. 15 Gaedes Molekularpumpe von 1912

Vermutung äußerte, dass das Auftreffen von Röntgenquanten am Kollektor der Triodenröhre der Grund für die vermeintliche untere Druckgrenze wäre. Daraufhin setzte ein regelrechtes Rennen um eine entscheidende Verbesserung der damaligen Ionisationsvakuummeter ein, das Nottinghams eigene Gruppe zu seinem großen Bedauern nicht gewann. Bayard und Alpert [16] gelang es 1950, mit einer einfachen und genialen Idee die Röhre entscheidend zu verbessern (siehe Abb. 11 im ► Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“).

Weil alle Vakuummeter seit dem McLeod kalibriert werden mussten und gleichzeitig die Vakuumindustrie zu einem immer bedeutenderen Industriezweig aufrückte (► Kap. 2, „Anwendung und Aufgaben der Vakuumtechnik“), wurden seit den späten 50er-Jahren des 20. Jahrhunderts unabhängige metrologische Laboratorien zur Vakuummeterkalibrierung in den staatlichen Instituten gegründet, zuerst am National Physical Laboratory (NPL) in England. 1966 folgte das Laboratorium für Vakuumphysik (heute: Vakuum-metrologie) in der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt in Deutschland.

Zurückkommend auf die philosophischen Überlegungen am Anfang des Kapitels noch ein Wort zum Vakuum aus Sicht der heutigen Physik [17, 18]: Ohne Zweifel gibt es makroskopische Räume, z. B. zwischen den Galaxien, die kein einziges

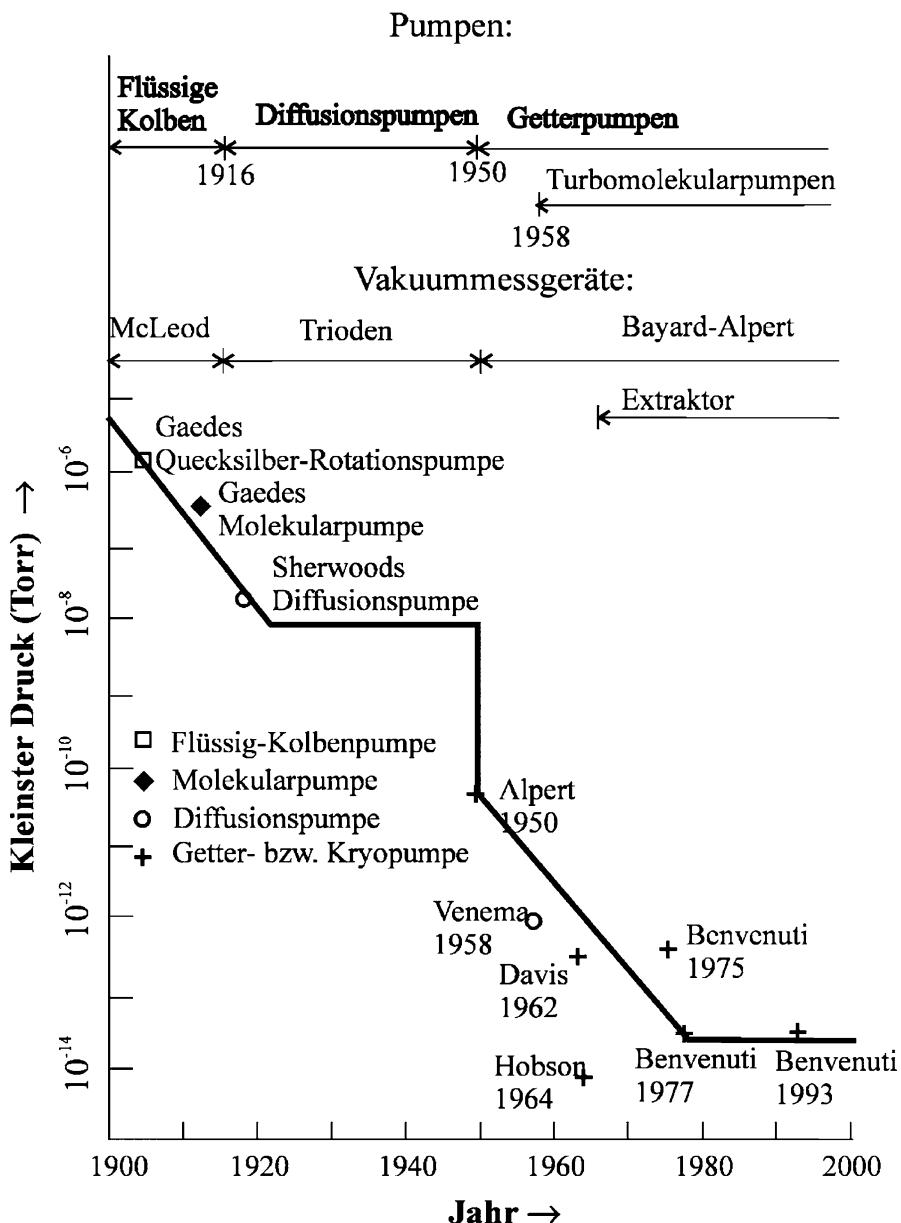
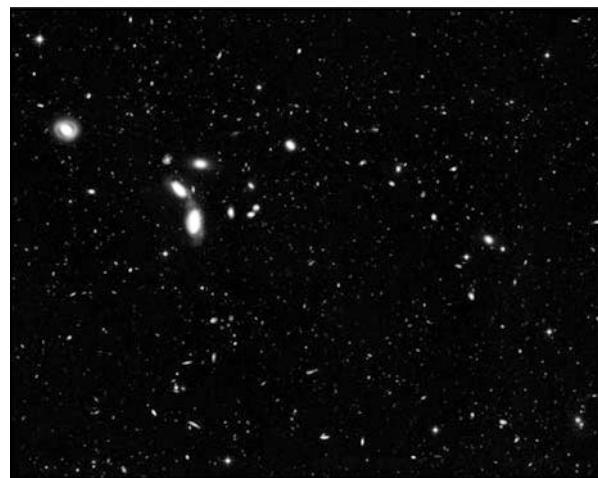


Abb. 16 Die Entwicklung des kleinsten erreichten und gemessenen Drucks im 20. Jahrhundert. Daten aus [6]

Abb. 17 Zwischen Galaxien kann es kleinere Bereiche von einigen dm^3 ohne jegliche Materieteilchen geben (absolutes oder ideales Vakuum). Älteste bekannte Galaxien, aufgenommen mit dem Hubble Space Telescope. Bild von NASA



Atom enthalten (Abb. 17). Man hat dafür den Begriff des „absoluten Vakuums“ geprägt. Wir wissen jedoch heute, dass auch dieses absolute Vakuum nicht (energie-) leer ist, sonst wäre es nicht im Einklang mit den Naturgesetzen. Eine Vakuum-energie, deren Natur noch unbekannt ist und möglicherweise mit der von Einstein eingeführten „Kosmologischen Konstante“ identisch ist, lässt zu, dass kurzzeitig und spontan Teilchen aus fluktuierenden Quantenfeldern in einem absoluten Vakuum entstehen. Insofern gibt es doch keinen Raum in unserem Universum, der im Wortsinn völlig leer ist.

Literatur

1. Aristoteles: *Physica*. Akademie Verlag, Berlin (1997)
2. Middleton, W.E.K.: *The history of the Barometer*. John Hopkins University, Baltimore (1964)
3. Spaarnay, M.J.: *Adventures in Vacuum*. Elsevier Science, North-Holland (1992)
4. Guericke, O von., Schott, K.: *Ottonis De Guericke Experimenta Nova (ut vocantur) Magdeburgica De Vacuo Spatio*. Apud Joannem Janssonium à Waesberge, Amstelodami (1672)
5. Zur Geschichte der Vakuumtechnik, 6 Beiträge in *Vak.-Techn.* **35**(4/5), 99–157 (1986)
6. Redhead, P.A.: *The Ultimate Vacuum*. *Vacuum* **53**, 137–149 (1999)
7. McLeod, H.G.: Apparatus for measurement of low pressures of gas. *Philos. Mag.* **48**, 110 ff. (1874) (*Proc. Phys. Soc.* **1**, 30–34 (1874))
8. Madey, T.E.: Early applications of vacuum, from Aristotle to Langmuir. *J. Vac. Sci. Technol. A* **2**, 100–117 (1984)
9. Knudsen, M.: Die Gesetze der Molekularströmung und der inneren Reibungsströmung der Gase durch Röhren. *Ann. Phys. Lpzg.* **28**, 75–130 (1909)
10. Redhead, P.A.: Vacuum and the electron tube industry. *J. Vac. Sci. Technol. A* **23**, 1252–1259 (2005)

11. Gaede, W.: The external friction of gases and a new principle for vacuum pumps: The molecular pump. *Phys.* **13**, 864 (1912)
12. Henning, J.: Die Entwicklung der Turbomolekularpumpe. *Vak. Prax.* **1**, 28–30 (1991)
13. Gaede, W.: Die Diffusion der Gase durch Quecksilberdampf bei niedrigen Drücken und die Diffusionsluftpumpe. *Ann. Phys.* **6**, 357–392 (1915)
14. Langmuir, I.: The condensation pump: An improved form of high vacuum pump, *j. of the Franklin Institute*, **182**(6), 719–743 (1916)
15. Pirani, M.: Selbstanzeigendes Vakuum-Meßinstrument. *Verh. Dtsch. Phys. Ges.* **8**, 686–694 (1906)
16. Bayard, R.T., Alpert, D.: Extension of low pressure range of the Ionization Gauge. *Rev. Sci. Instr.* **2**, 571–572 (1950)
17. Genz, H.: Nichts als das Nichts – Die Physik des Vakuums. Wiley-VCH, Weinheim (2004)
18. Bojowald, M.: Alles aus dem Nichts. *Phys. J.* **10**(3), 37 (2011)

Weiterführende Literatur

- Madey, T.E.: History of Vacuum Science and Technology. AIP, New York (1984)
- Hoppe, E.: Geschichte der Physik. Vieweg Verlag, Braunschweig (1936 und 1965)
- Guericke, O von.: Neue Magdeburger Versuche über den leeren Raum. VDI-Verlag, Düsseldorf (1968) (Deutsch von H. Schimank)
- Jahrreiß, H.: Otto von Guericke (1602–1686) in memoriam. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 2466–2471 (1987)
- Th, M.: Otto von Guericke. *Vak.-Techn.* **35**(4/5), 101–110 (1987)
- Singleton, J.H.: The development of valves, connectors, and traps for vacuum systems during the 20th century. *J. Vac. Sci. Technol. A* **2**, 126–131 (1984)
- Hablanian, M.H.: Comments on the history of vacuum pumps. *J. Vac. Sci. Technol. A* **2**, 118–125 (1984)
- Auwaerter, M.: Das Vakuum und Wolfgang Gaede. *Vak. Tech.* **32**(8), 234–246 (1983)
- Gaede, H.: Wolfgang Gaede, Der Schöpfer des Hochvakuums. Verlag A. Braun, Karlsruhe (1954)
- Dunkel, M.: Gedenken an Wolfgang Gaede. *Vak. Tech.* **27**, 99–101 (1978)
- Redhead, P.A.: The measurements of vacuum pressures. *J. Vac. Sci. Technol. A* **2**, 132–138 (1984)



Anwendung und Aufgaben der Vakuumtechnik

2

Karl Jousten

Zusammenfassung

Die Vakuumtechnik wuchs im Verlauf des 20. Jahrhunderts zu einer Schlüsseltechnologie heran, sowohl für die Industrie wie für die Forschung. Die Mikroelektronikindustrie ist mit rund 40 % das größte Marktsegment der Vakuumtechnik. Kaum ein physikalisches Experiment kann auf die Vakuumtechnik verzichten. Die Anwendungsgebiete der Vakuumtechnik benötigen einen Druckbereich von 15 Dekaden unterhalb des Atmosphärendrucks, was enorme Anforderungen an die Vakuumpumpen, die verwendeten Materialien und die Vakuummesstechnik stellt.

Die Vakuumtechnik hatte spätestens mit Edisons Glühlampenproduktion am Ende des 19. Jahrhunderts aus der Nische der reinen Labortechnik herauszutreten. 500 automatische Sprengelpumpen wurden in Edisons erster Fabrik zur Glühlampenproduktion eingesetzt. Seither haben sich viele weitere, sehr bedeutende Industriezweige entwickelt, die auf die Vakuumtechnik angewiesen sind, besonders die Mikroelektronikindustrie. Diese Industriezweige sind für die Vakuumtechnik wirtschaftlich wesentlich bedeutender als die physikalische Forschung. Nach einer Erhebung [1] der Maschinen- und Anlagenbauer in Europa, USA und Japan gehen allein etwa 40 % der Verkäufe von vakuumbezogener Ausrüstung von Firmen in diesen Regionen in die Halbleiterindustrie, die damit das weitaus größte Marktsegment der Vakuumtechnik ist. Die Bedeutung der Vakuumtechnik für die physikalische Forschung ist jedoch weiterhin groß. Kaum ein physikalisches Experiment findet außerhalb des Vakuums statt.

Abb. 1 zeigt eine Auswahl von industriellen Anwendungen der Vakuumtechnik in einzelnen Druckbereichen, Abb. 2 und Tab. 1 von physikalischen Untersuchungsmethoden, Tab. 2 von Vakuumprozessen. Die Auflistungen haben keinen

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

Anwendungen der Vakuumtechnik in der Industrie	
Vakuummetallurgie	$10^3 \text{ Pa} \dots 10^3 \text{ Pa}$
Glühen, Schmelzen, Giessen von Metallen Elektronenstrahlschmelzen Entgasen von Metallen und Stählen	
Kristallherstellung	$10^{-4} \text{ Pa} \dots 10^{-1} \text{ Pa}$
Silizium (CZ-, FZ-Verfahren)	
Elektronenstrahlschweißen	$10^{-3} \text{ Pa} \dots 10^5 \text{ Pa}$
Physikalisches Aufdampfen (PVD)	$10^{-3} \text{ Pa} \dots 1 \text{ Pa}$
Architekturglasbeschichtung Werkzeugbeschichtung/Härtung Verschleißschutz PET-Flaschenbeschichtung Optische Beschichtung, Brillen, Linsen, Spiegel Dekorative Beschichtung Kunststoff- und Folienmetallisierung Magnetspeicher (Festplatten, auch mit CVD)	
Chemische Dampfabscheidung (CVD)	$1 \text{ Pa} \dots 10^3 \text{ Pa}$
Medizin und Medizintechnik	$10^{-7} \text{ Pa} \dots 10^4 \text{ Pa}$
Röntgengeräte, Krebstherapie Geräteresterilisation, Wundheilung	
Trocknung und Entgasung	$10^{-2} \text{ Pa} \dots 10^4 \text{ Pa}$
Entgasen von Flüssigkeiten Vergießen von Harzen und Lacken Vergießen und Trocknen von Kunststoffen	
Vakuumisolation	$10^{-2} \text{ Pa} \dots 10^4 \text{ Pa}$
Recycling	$10 \text{ Pa} \dots 10^4 \text{ Pa}$
Chemische Industrie	$10^2 \text{ Pa} \dots 10^3 \text{ Pa}$
Labortechnik Prozesse	
Gefriertrocknung	$1 \text{ Pa} \dots 10^4 \text{ Pa}$
Pharmaindustrie Lebensmittelverarbeitung	
Lebensmittelverpackung	$10^2 \text{ Pa} \dots 10^4 \text{ Pa}$
Elektrotechnik	$10^{-7} \text{ Pa} \dots 10^{-1} \text{ Pa}$
Fernsehbildröhren Computermonitore, Oszilloskope Glüh-, Leuchtstofflampen Sende- und Empfängerröhren Vakuumhochleistungsschalter	
Halbleitertechnologie	$10^{-5} \text{ Pa} \dots 10^2 \text{ Pa}$
Chips: Oxidation, Plasmaätzen, Ionenimplantation EUV-Lithographie Mobiltelefone, Flachbildschirme CD/DVD-Metallisierung Solarzellen	



Abb. 1 Eine Auswahl industrieller Anwendungen der Vakuumtechnik

Vakuumtechnik in der Forschung

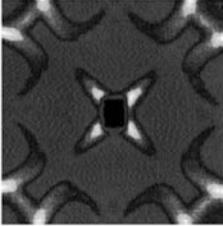
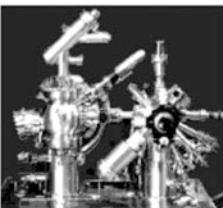
Biotechnologie	10^{-8} Pa ... 10^5 Pa	
Elementarteilchenphysik	10^{-9} Pa ... 10^{-6} Pa	
Gravitationswellendetektoren	10^{-8} Pa ... 10^{-6} Pa	
Herstellung dünner Schichten	10^{-6} Pa ... 1 Pa	
Molekularstrahlepitaxie (MBE)	10^{-10} Pa ... 10^{-8} Pa	
Kernfusion	10^{-6} Pa ... 10^{-1} Pa	
Massenspektrometer	10^{-8} Pa ... 10^{-3} Pa	
Materialforschung Neutronenbeugung	10^{-4} Pa ... 10^{-1} Pa	Fusionsforschung im ASDEX, IPP
Metrologie Massenbestimmung Radiometrie	10^{-8} Pa ... 10^{-1} Pa	
Nanotechnologie (STM, AFM)	10^{-8} Pa ... 10^5 Pa	
Oberflächenanalytik SIMS SEM, TEM ESCA/XPS, UPS AES, LEED Ionenquellen	10^{-9} Pa ... 10^{-1} Pa	 Neutronenstreuung an Silizium
Plasmaforschung	10^{-7} Pa ... 10^3 Pa	
Synchrotronstrahlung Weiche bis harte Röntgenstrahlung	10^{-8} Pa ... 10^{-5} Pa	
Tieftemperaturforschung	10^{-6} Pa ... 10^{-1} Pa	
Weltraumsimulation	10^{-5} Pa ... 10^{-3} Pa	Oberflächenanalytik, Fa. Omikron

Abb. 2 Eine Auswahl physikalischer Untersuchungsmethoden im Vakuum. Zu den Abkürzungen siehe Tab. 1

Tab. 1 Übersicht über Oberflächenanalyseverfahren und deren Abkürzungen. Wo die deutsche Bezeichnung des Verfahrens die Abkürzung nicht erklärt, ist die englische angegeben

Abk.	Bezeichnung	Verfahren
AES	Auger-Elektronen-Spektrometrie	Nachweis von Elementen durch Elektronenbeschuss, wobei ein Elektron aus einer tiefer liegenden Elektronenschale entfernt und wieder aufgefüllt wird. Ein dabei frei werdendes Elektron wird analysiert
EELS	Electron Energy Loss Spectrometry	Energetische Messung der von einer Oberfläche rückgestreuten Elektronen, die mit niedriger Energie auf diese auftreffen
ESCA	Elektronenspektrometrie für die chemische Analyse	Ältere Bezeichnung für XPS. Siehe dort
GCMS/ LCMS	Gas- und Flüssigkeits-Chromatografie mit Massenspektrometrie	Chromatografie zur zeitlichen Trennung von Substanzen, denen ein Massenspektrometer zur Analyse nachgeschaltet ist
ISS	Ion scattering spectroscopy	Energetische Messung der von einer Oberfläche rückgestreuten Ionen
LEED/ HEED/ RHEED	Low/High/Reflection High Energy Electron Diffraction	Detektion von Beugungsreflexen von Elektronenstrahlen
MS	Massen-Spektrometrie	Moleküle chemischer Verbindungen oder Elemente werden ionisiert und nach ihrem Verhältnis Ladung/Masse durch Magnet- oder Hochfrequenzfelder sortiert
PIXE	Proton Induced X-ray Emission	Messung der durch Protonen erzeugten charakteristischen Röntgenstrahlung
RBS	Rutherford Backscattering	Energieanalyse der von einem Festkörper rückgestreuten leichten Ionen
REM/ TEM	Rasterelektronenmikroskopie Transmissionselektronenmikroskopie	Abscannen eines Objektes durch einen fokussierten Elektronenstrahl. Durch unterschiedliche Absorption und Streuung entsteht ein Bild auf einem Bildschirm in Reflexion oder Durchsicht (TEM)
RTM/ STM	Rastertunnel elektronenmikroskopie / Scanning Tunneling Microscopy	Abrastern einer Oberfläche durch eine atomare Spitze, die durch Messung des Tunnelstroms in festem Abstand zur Oberfläche gehalten wird
SIMS	Sekundärionen-Massenspektrometrie	Nachweis von Sekundärionen mittels MS, die durch Beschuss mit Primärionen (Edelgase) erzeugt werden
SNMS	Sekundärneutralteilchen-Massenspektrometrie	Nachweis von neutralen Teilchen mittels MS, die durch Beschuss mit Primärionen erzeugt werden
UPS	UV-Fotoelektronenspektroskopie	Messung von durch UV-Strahlung emittierten Fotoelektronen
XPS	X-ray Photoelectron Spectroscopy	Messung von durch Röntgenstrahlung emittierten Fotoelektronen

Tab. 2 Übersicht über einige wichtige Vakuumprozesse

Abk.	Bezeichnung	Verfahren
PVD	Physical Vapour Deposition	Abscheiden von dünnen Schichten aus der Dampfphase, durch Aufstäuben (sputtering) oder Ionenplattierung (ion plating)
CVD	Chemical Vapour Deposition	Abscheiden von Schichten mit chemischer Reaktion auf der Targetoberfläche oder im Prozessgas. Aktivierung durch Plasma (PECVD), Laser, Ionen, Mikrowellen
RIE	Reactive Ion Etching	Ätzen von Schichten durch im Hochfrequenzplasma erzeugte Ionen
EBW	Elektronenstrahlschweißen	Verschweißen von Metallen unter Vakuum mit Aufheizen der Schweißnaht durch Elektronen hoher Energie
–	Ionenimplantation	Einschießen von hochenergetischen Ionen ($>1 \text{ keV}$) in einen Festkörper (i. d. R. Halbleitermaterial)
–	Lecksuche	Der Prüfling wird von außen mit dem Testgas besprührt und das durch Lecks eindringende Gas (meistens Helium) wird mit Hilfe eines Massenspektrometers nachgewiesen

Anspruch auf Vollständigkeit, sie zeigen jedoch die Vielfalt der Einsatzbereiche der Vakuumtechnik. Auch bei vielen alltäglichen Produkten wird die Vakuumtechnik eingesetzt, vom Gefriertrocknen für die Lebensmittelverarbeitung, der Lebensmittelverpackung, dem Beschichten von PET-Flaschen, damit die Kohlensäure nicht entweicht, bis zur Beschichtung von Architekturglas, um die Wärmeschutzverordnung einzuhalten, und zum Recycling des Quecksilbers aus Batterien und Elektroschrott.

Die Anwendungsgebiete der Vakuumtechnik benötigen einen Druckbereich von etwa 15 Dekaden, von 10^{-10} Pa bis 10^5 Pa . Dies stellt eine enorme Herausforderung sowohl an die Vakummesstechnik als auch an die verwendeten Vakuumpumpen und Materialien dar.

Einige wichtige neue Forschungszweige, so die Biogrenzflächen („Life Science“), die Polymeranalytik und die Katalysenforschung, benötigen Vakuum für die Analyseinstrumente, jedoch höheren Druck (Umgebungsdruck) für die zu untersuchenden Objekte. Dies wird mit Druckstufen bewerkstelligt. Auch beim Elektronenschweißen wird in manchen Fällen das Schweißobjekt auf Umgebungsdruck gehalten, während der Elektronenstrahl im Hochvakuum beschleunigt wird.

In der Mikroelektronikindustrie (Abb. 3) wird das Vakuum vor allem zur Erzeugung von dünnen Oxid- Schichten, zum Plasmaätzen, zur chemischen Dampfabscheidung (CVD), zum Sputtern (Zerstäuben) und zur Ionenimplantation benötigt. Ein Großteil der Investitionen für eine neue DRAM-Fabrik geht in die Vakuumtechnik. Mit der zunehmend höheren Dichte der Strukturen hat dabei vor allem die Reinheit des Vakuums und der Prozessgase an Bedeutung gewonnen [2–5], aber auch das Abgasmanagement zur Sicherheit des Personals und zum Schutz der Umwelt ist ein wichtiger Faktor [6]. Die Wartungsintervalle von Pumpen in der Halbleiterindustrie konnten durch den Einsatz von trockenen Pumpen wesentlich vergrößert werden.

Abb. 3 Eine zentrale Bedeutung hat die Vakuumtechnologie in der Mikroelektronik. Bild von MPG



Die erhöhte Korrosionsbeständigkeit der trockenen Pumpen ist z. B. auch bei Fluorierungsprozessen von Kunststoffen von großem Vorteil [7]. Um Kunststoffe zu lackieren oder zu verkleben, muss die Oberfläche in der Regel durch Fluor aktiviert werden.

Ein seit 2000 stark gestiegener Absatzmarkt für die Vakuumtechnik ist die Produktion nachhaltiger Energieanlagen. Die Herstellung von Solarzellen benötigt Vakuum bei der Herstellung von Siliziumkristallen, deren Beschichtung (auch Dünnschichtsolarzellen) und der abschließenden Laminierung. Solarthermische Kraftwerke benötigen im Vakuum beschichtete Glasrohre. Die Rotoren für Windkraftanlagen werden aus Faserverbundwerkstoffen gefertigt, welche mit Vakuuminfusionsverfahren hergestellt werden. Sie werden mit Vakuumhebern, die bis zu 32 t heben können, auf den Masten montiert. Im Innern der Windkraftanlage installierte Vakumschütze begrenzen und schalten die elektrischen Ströme bis über 2000 A.

Eine immer noch im Experimentierstadium befindliche Form der Energieerzeugung ist die Fusion von Deuterium und Tritium. Die großen Fusionstanks, in denen das Plasma zur Verschmelzung der Kerne zu Helium brennen soll, benötigen Hochvakuum und äußerst leistungsfähige Pumpen, die teilweise gegen das radioaktive Tritium widerstandsfähig sein müssen. Zur Einspeisung der Leistung in das Plasma werden große Vakuumelektronenröhren, sogenannte Gyrotrons, benötigt [8].

Eine Anwendung der Vakuumtechnik, die weniger bekannt und auch nicht in Abb. 1 aufgeführt ist, ist die Wasseraufbereitung, z. B. von Fernheizwasser oder von Reinstwasser, insbesondere zur Reduzierung des Sauerstoffgehalts [9], aber auch zur Abwasseraufbereitung [10]. Hier werden problematische Abwässer zur Entsorgung eingedampft und das gewonnene Destillat kann eingeleitet werden.

In der Automobilindustrie werden Grob- und Feinvakuumpumpensysteme zum Befüllen von Bremsanlagen, Servolenksystemen und Klimaanlagen angewendet [11]. Auch für Dichtigkeitsprüfungen an diesen Systemen und Motoren werden Vakuummethoden benutzt.

Große Bedeutung hat das Vakuum auch als Wärmeisolation für die Kryotechnik, aber auch für Kühlschränke und Gebäude [12]. Evakuerte, nano-poröse Schäume erbringen um einen Faktor 10 größere Wärmewiderstände als konventionelle Schäume.

Mehr oder weniger als Kuriosität sei auch erwähnt, dass die akustischen Eigenschaften von Holz für Musikinstrumente durch Vakuum-Wärmebehandlung verbessert werden können [13]. Ebenso setzt sich in Großbäckereien eine Vakuumanwendung in der Abkühlphase nach dem Backen durch. Neben der wirtschaftlich wichtigen Zeitersparnis führt dies zu einer perfekten Brötchenkruste und bei Schoko-Croissants zu einer besseren Verteilung der Füllung.

Die Oberflächenanalytik ist sicherlich der wichtigste Anwendungsbereich der Vakuumtechnik im Forschungsbereich. Hier ist der Übergang zur industriellen oder sonstigen Anwendung oft fließend. Als Beispiel sei die Vakuummetallisierung mittels Verdampferquellen von kriminalistischen Spurenträgern genannt [14]: Fingerabdrücke werden durch die Metallisierung mit Zink oder Gold sichtbar und identifizierbar gemacht.

Das längste Vakuumsystem der Welt ist die unterirdische, in einem Tunnel befindliche, 27 km lange Vakuumröhre des LHC-Beschleunigers (Large Hadron Collider) beim CERN in Genf. Diese und ähnliche Anlagen dienen der Erforschung der Grundbausteine unserer Materie und der Vorgänge, die sich kurz nach dem Urknall zu Beginn unseres Universums abgespielt haben.

Ein noch größeres Volumen haben die in den letzten Jahren an mehreren Stellen auf der Erde gebauten Gravitationswellendetektoren [15]. Die in Washington und Louisiana, USA, gebauten Detektoren des LIGO-Projekts (Laser Interferometer Gravitational Wave Observatory, Abb. 4) besitzen je zwei Vakuumrohre mit einer Länge von 4 km und einem Durchmesser von 1,2 m.

Auch die Weltraumsimulation benötigt Vakuumkammern mit großen Abmaßen, mit sogar noch größerem Volumen als die Gravitationswellendetektoren. Die größte Kammer, die zur NASA gehört, befindet sich in Sandusky, Ohio in den USA (Abb. 5).



Abb. 4 Der bei Hanford in der Wüste des US-Staates Washington aufgebaute Gravitationswellendetektor LIGO (Laser Interferometer Gravitational Wave Observatory). Jeder Arm des Michelson-Interferometers, in dem sich Ultrahochvakuum befindet, ist 4 km lang

Abb. 5 Die größte Weltraumsimulationskammer der Welt in Sandusky, Ohio, USA. Die Plum Brook Station Space Power Facility gehört zum NASA Glenn Research Center. Die Vakuumkammer hat einen Durchmesser von etwa 30 m und eine Höhe von etwa 40 m. Bild von NASA



Abb. 6 Transport des Hauptspektrometerkessels des Karlsruher Tritium-Neutrino-Projekts („KATRIN“) durch Leopoldshafen-Eggenstein am 25. November 2006. Bild: Forschungszentrum Karlsruhe



Die mit 1400 m^3 wohl größte kompakte Ultrahochvakuumkammer der Welt wurde im Jahre 2006 im Forschungszentrum Karlsruhe aufgestellt (Abb. 6). Sie ging im Jahre 2016 erstmals in den Testbetrieb. Die riesige Edelstahl-Kammer beinhaltet ein Elektronenspektrometer, mit dem die Neutrinomasse bestimmt werden soll.

Für alle Vakuumbereiche stehen hinreichend effektive, wirtschaftliche und einfach zu bedienende Vakuumpumpen zur Verfügung (Tab. 3).

- für den Grobvakumbereich: (10^5 Pa– 10^2 Pa)
 - Seitenkanalgebläse
 - Drehkolbengebläse
 - trocken laufende Drehschieberpumpen
 - Klauenpumpen
 - Membranpumpen
 - Flüssigkeitsringpumpen (gegebenenfalls mit Dampfstrahler kombiniert)
- für den Grob- und Feinvakumbereich: (10^2 Pa– 10^{-1} Pa)
 - ölgedichtete Vakuumpumpen (Gasballastpumpen)
 - Schraubenpumpen
 - Spiralpumpen
 - Scroll-Pumpen
 - Wälzkolbenpumpen
 - Dampfstrahlpumpen
- für den Hochvakumbereich: (10^{-1} Pa– 10^{-5} Pa)
 - Diffusionspumpen
 - Turbomolekularpumpen
 - mehrstufige Wälzkolbenpumpen
- für den Hoch- und Ultrahochvakumbereich: $<10^{-5}$ Pa)
 - Turbomolekularpumpen
 - Ionengetterpumpen
 - Titansublimationspumpen
 - NEG-Pumpen
 - Kryopumpen

Tab. 3 gibt einen Überblick über typische Pumpsysteme für eine Auswahl von Anwendungen.

Zur Verbindung der einzelnen Bauelemente (Pumpen, Ventile, Vakuummeter, Rohrleitungen, Rezipienten, Dampfsperren und sonstigem Zubehör) stehen bis zu großen Nennweiten (DN 1000) genormte Flansche zur Verfügung sowie verfahrensmäßig durchentwickelte Schweiß- und Hartlötverbindungen. Zur Lecksuche hat sich der Heliumlecksucher als Standardgerät durchgesetzt. Seine Empfindlichkeit ist ausreichend, um auch die kleinsten, vakuumtechnisch noch störenden Undichtigkeiten an einer Apparatur oder Anlage feststellen und lokalisieren zu können. Die nationale und internationale Normungsarbeit auf dem Gebiete der Vakuumtechnik (► Kap. 30, „Normen der Vakuumtechnik“) hat dazu beigetragen, Aufbau, Bedienung und Unterhaltung von Vakuumanlagen einfacher, flexibler und billiger zu machen. Die Messmethoden einer Reihe vakuumtechnischer Größen, wie z. B. des Saugvermögens von Pumpen, der Vorvakumbeständigkeit u. a., sind vereinheitlicht worden. Vakuumanlagen können heute praktisch in beliebiger Größe hergestellt werden.

Tab. 3 Vakuumtechnische Anwendungen (Auswahl) und zugehörige Pumpensysteme, geordnet nach Druckarbeitsbereichen p_A ^a

Typische Anwendungen	Typische Pumpensysteme
A Prozessmedium: Luft ($p_A > 10 \text{ Pa}$)	<p>Pneumatische Transport- und Haltesysteme (z. B. Vakuum-Spannfutter, Vakuumhalte- und Transporteinrichtungen für große Glasplatten), Sortiereinrichtungen; Vakuumverpackung; Vakuum-Verformen; Höhenprüfstände für Raketen</p> <p>Das jeweilige Pumpensystem besteht meist nur aus einer einzigen Pumpe. Zur Verfügung stehen: Die Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe (meist mit Wasser als Betriebsflüssigkeit); die (ölfreie) Vielzellenpumpe; die einstufige Drehschieberpumpe (ölgedichtet) Druckarbeitsbereiche siehe Abb. 12.3, Abschn. 12.1</p>
B Prozessmedium: überwiegend Dämpfe ($p_A > 10 \text{ hPa}$)	<p>Vakuum-Destillation; Verdampfungskristallisation; Entgasen von Mischern; Filtration; Entgasen von Ölen; Konzentrieren wässriger Lösungen. Vakuum-Frischen (VOB-Prozess)</p> <p>Pumpensysteme ähnlich wie bei A, jedoch häufig mit vorgeschaltetem Kondensator (siehe ► Kap. 18, „Treibmittelpumpen“). Auch 2-stufige Wasserring-Vakuumpumpe mit zusätzlichem Gasstrahler; Wasserstrahlpumpe (für kleine Saugvermögen)</p>
C Prozessmedium: Dampf-Luftgemische (p_A im Übergangsbereich FV/GV)	<p>Imprägnieren; Vakuumbehandlung von Transformatoren-Öl; Kurzwegdestillation; Stahlentgasung, Vakuumtrocknung</p> <p>Die Pumpensysteme bestehen aus verfahrensspezifischen Kombinationen von Kondensatoren, Hauptpumpen (Wälzkolbenpumpen, Dampfstrahlpumpen) und Vorpumpen (Wasserringpumpen, Dreh oder Sperrschieber-Pumpen)</p>
D Prozessmedium: Gase (p_A hauptsächlich im Feinvakuum)	<p>Vakuummetallurgische Prozesse mit großem Gas- und Staubanfall (Vakuuminduktionsöfen, Vakuumlichtbogenöfen) Kathodenzerstäubung Windtunnel (bei niedrigen Drücken) Hartlöten im Vakuum</p> <p>Wasser dampfstrahlpumpe; Wälzkolbenpumpe (auch mehrstufig) mit entsprechenden Vorpumpen (Rotationspumpen, Wasserringvakuumpumpe)</p>
E Prozessmedium: Gas Dampfgemische (p_A im Feinvakuum)	<p>Gefriertrocknung Molekulardestillation Metallische Schmucküberzüge</p> <p>2-stufige, ölgedichtete Rotationsvakuumpumpen mit Kondensator; Wälzkolbenpumpe mit Vorpumpe. Auch Dampfstrahler mit Vorpumpe</p>
F Prozesse im Hochvakuum ($p_A < 0,1 \text{ Pa}$)	<p>Dünnenschicht-Technologie: Metallische Schichten für Kunststoff-Formteile, Papier u. Kunststofffolien; Hartstoffsichten, dekorative Schichten, optische Schichten. Beschichten großer Glasflächen mit Sonnenschutz- und Wärmedämmungsschichten; leitfähige Schichten, transparente Schichten; Datenspeichersysteme, Compact Disc</p> <p>Öldiffusionspumpen (bis zu Gesamtsaugvermögen von 90.000 L/s, mit zusätzlichen Kaltflächen in der Vakuumkammer; kombinierte Öldampfstrahlpumpen und ölgedichtete Rotationsvakuumpumpen. Pumpsätze mit TM-Pumpen, auch mit Kryopumpen kombiniert, je nach Anlagenart mit Wälzkolbenpumpen und Rotationspumpen als Vorpumpen</p>

(Fortsetzung)

Tab. 3 (Fortsetzung)

Typische Anwendungen	Typische Pumpensysteme
Weltraumsimulationsanlagen	Badkryopumpen und Refrigeratorkryopumpen mit insgesamt sehr hohem Saugvermögen, kombiniert mit TM-Pumpen und Wälzkolbenpumpen
Metallurgische HV-Verfahren; Elektronenstrahl-Schmelzen und -Gießen; HV-Entgasung; Elektronenstahl-Schweißen	Mit TM-Pumpen, seltener mit Diffusionspumpen ausgerüstete HV-Pumpstände. Einsatz von Kryopumpen in Großanlagen
Elektronenmikroskopie (Geräte mit Glühkathode), Elektronenröhren: Empfängerröhren, Hochleistungssenderöhren; Klystrons; Fernsehbildröhren; Bildverstärkeröhren	Die Hochvakuumpumpstände sind mit Öl- oder Hg-Diffusionspumpen (selten) oder mit TM-Pumpen ausgerüstet. Die abgeschmolzenen Röhren sind vielfach mit Verdampfungsgittern, oder kleinen IZ-Pumpen (als sogenannte Appendix-Pumpen) zum Aufrechterhalten des sehr niedrigen Betriebsvakuums ($< 10^{-7}$ mbar) versehen
Röntgenröhren	Übliche HV-Pumpstände. Die Röhre ist mit einem Ba-Verdampfungsgetter versehen
G Prozesse im Ultrahochvakuum ($p_A < 10^{-5}$ Pa)	
Analyse von Oberflächen und dünnen Schichten Elektronenmikroskopie mit Feldemissionskathoden und Analyseeinrichtungen	UHV-Systeme mit TM-, IZ- und Ti-Sublimationspumpen. Seltener: Öldiffusionspumpen mit LN ₂ -gekühlter Dampfsperre
Teilchenbeschleuniger und Speicherringe	UHV-Systeme mit IZ-Pumpen (auch integrierten); Ti-Sublimationspumpen; TM-Pumpen; in situ NEG-Streifen
Thermische Kernfusion	Bad-Kryopumpen mit sehr hohem Saugvermögen; TM-Pumpen; Hg-Diffusionspumpen (tritiumbeständig)
Halbleiter-Technologie (bei bestimmten Teilverfahren)	„Trockene“ und korrosionsbeständige Pumpensysteme, mit Hybrid-TM-Pumpen; Klauenpumpen; Membranpumpen; NEG-Streifen

^aNach [16–19]

Die vakuumtechnischen Fortschritte, die in den letzten Jahrzehnten erzielt worden sind, sind in hohem Maße den gesteigerten technischen Ansprüchen zu danken, die von der verfahrenstechnischen Seite zu stellen waren [20]. Die heutigen Entwicklungen betreffen vor allem die folgenden Problemkreise:

- größere „Saubерkeit“ des Vakuums durch „trockene“ Vorpumpen
- Entwicklung von Ein-Pumpsystemen
- ein umfassendes Kalibriersystem für Vakuummessgeräte

- Verringerung der Ausgasraten für ausheizbare und nicht ausheizbare Vakuumssysteme
- Reinigung von und Präparation von Hochvakuumssystemen mit den gleichen Reinheitsanforderungen wie für ein Ultrahochvakuumssystem (ultrareine Vakuumssysteme, ultra clean vacuum system)
- Partikelfreiheit

Der Problemkreis des „sauberen“ Vakuums betrifft vor allem die Herstellung eines kohlenwasserstoff-freien Vakuums. Hierzu dienten früher vorzugsweise Sorptions- und Kondensationspumpen. Die Erforschung ihrer Wirkungsweise bediente sich der Methoden der Oberflächen- und Grenzflächenphysik, die sich mit der Wechselwirkung zwischen Gasen und festen Oberflächen beschäftigt. Damit war eine enge Verknüpfung zwischen dieser Disziplin und der Vakuumphysik und -technik entstanden. Viele analytische Methoden der Oberflächenuntersuchung, die früher für die Erzeugung eines besseren Vakuums entwickelt wurden, werden heute in ganz anderen Gebieten eingesetzt (Tab. 1).

Heute stehen für die Erzeugung von kohlenwasserstoff-freien Vakua auch eine Vielzahl von mechanischen Pumpen wie Membranpumpen, Kolbenpumpen, Schraubenpumpen und Klauenpumpen zur Verfügung (siehe ► Kap. 13, „Oszillationsverdrängerpumpen“, ► Kap. 14, „Einwellige Rotationsverdrängerpumpen“ und ► Kap. 15, „Zweiwellige Rotationsverdrängerpumpen“). Diese dienen sowohl als Vorpumpen von Hochvakuumpumpen als auch direkt zur Erzeugung von Grob- und Feinvakuum. Diese Pumpen haben den unmittelbaren Vorteil, dass sie keine Ölkontamination verursachen können, sie sind außerdem robuster gegen aggressive Medien und Staub, haben eine höhere Dampfverträglichkeit und sind nicht zuletzt wartungs- und umweltfreundlicher als ölgeschmierte Pumpen und haben damit niedrige Betriebskosten. Auch erleichtern sie das Abgasmanagement (gas abatement).

Vakuum zu erzeugen und unter den verschiedensten Arbeitsbedingungen aufrecht zu erhalten, ist heute zur Routine geworden. Seit den 1970er-Jahren befindet sich die Zahl der Physiker, die sich mit der Vakuumphysik als Wissenschaft beschäftigen, in stetem Rückgang. Die Neuerungen in der Vakuumtechnik sind heute hauptsächlich ingenieurtechnischer Art. Dieser Rückzug der Wissenschaftler birgt allerdings die Gefahr, dass die weiterhin nötigen spezifischen vakuumpysikalischen Grundkenntnisse im Laufe der Zeit weniger vermittelt werden und der heute erreichte Stand der Reife der Vakuumphysik und -technik in der Realisierung vor Ort wieder verloren geht. Weil die Vakuumphysik und -technik eine Basiswissenschaft für viele Industriezweige und viele andere Wissenschaften ist, hätte dies gravierende Auswirkungen. Dass die Wissensvermittlung weitergeht und auf dem aktuellen Stand bleibt, ist Aufgabe eines Buches wie diesem.

Literatur

1. Gemeinsame Erhebung der EVTA (European Vacuum Technology Association), AVEM International (Association of Vacuum Equipment Manufacturers), JVIA (Japanese Vacuum Industry

- Association), Pressemitteilung aus dem Jahr 2004. EVTA Sekretariat beim VDMA, Fachverband Kompressoren, Druckluft und Vakuumtechnik, Lyoner Str. 18, 60528 Frankfurt (2004)
2. Arthur, J.R.: Vacuum Gauging in the electronics industry. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 3230–3231 (1987)
 3. O'Hanlon, J.F., Parks, H.G.: Impact of vacuum equipment contamination on semiconductor yield. *J. Vac. Sci. Technol. A* **10**, 1863–1868 (1992)
 4. Waits, R.K.: Controlling your vacuum process: effective use of a QMA. *Semicond. Int.* **17**, 79–84 (1994)
 5. Buckley, M.E.: Process control in the semiconductor manufacturing environment using a high pressure quadrupole mass spectrometer. *Vacuum* **44**, 665–668 (1993)
 6. Gennermann, D.: Abgasmanagement von Vakuumprozessen moderner Halbleiter-Produktionsanlagen. *Vak. Forsch. Prax.* **1**, 29–33 (2000)
 7. Fischer, S.: Fluorvorbehandlungsanlagen mit trockenlaufenden Vakuumpumpen. *Vak. Forsch. Prax.* **2**, 112–113 (2000)
 8. Jellonek, J., et al.: Gyrotron-Forschung und – Entwicklung am KIT. *Vak. Forsch. Prax.* **28**(6), 21–27 (2016)
 9. Zilly, G.: Entgasung von Wasser unter Vakuum. *Vak. Forsch. Prax.* **3**, 180–183 (2000)
 10. Schneider, W.: Vakuum in der Abwasseraufbereitung. *Vak. Forsch. Prax.* **2**, 92–96 (1996)
 11. Nikutta, K.-H.: Vakuum-Befüllverfahren beim Automobil. *Vak. Forsch. Prax.* **3**, 159–164 (1993)
 12. Fricke, J., Heinemann, U., Ebert, H.P.: Vacuum insulation panels – from research to market. *Vacuum* **82**, 680–690 (2008)
 13. Hix, P.: Vakuum und Musik. *Vak. Forsch. Prax.* **4**, 271–272 (1992)
 14. Herrmann, R., Rustler, P.: Vakuum-Metallisierung als dakyloskopische Spurensicherungsme- thode bei der deutschen Polizei. *Vak. Forsch. Prax.* **1**, 30–32 (2002)
 15. Faber, S.: Gravity's Secret. *New Scientist*, 1953, S. 40–44 (1994)
 16. Dennis, N.T.M., Happell, T.A.: Vacuum system design. Chapman and Hall, London (1968)
 17. Harris, N.S.: School of Vacuum Vacuum Technology. Edwards High Vacuum, Crawly (1981)
 18. Harris, N.S.: Modern vacuum practice. McGraw Hill, London (1989)
 19. Pupp, W., Hartmann, H.K.: Vakuumtechnik, Grundlagen und Anwendungen. Carl Hanser Verlag, München (1991)
 20. Hobson, J.P.: The future of vacuum technology. *J. Vac. Sci. Technol. A* **2**, 144–149 (1984)



Gasgesetze und kinetische Gastheorie

3

Karl Jousten

Zusammenfassung

In diesem Kapitel werden auf empirische Weise die wichtigen Grundlagen der Vakuumphysik, die makroskopischen Zustandsgleichungen eines Gases, insbesondere das ideale Gasgesetz, und die kinetische Gastheorie, dargelegt. Die für die Vakuumphysik wichtigen physikalischen Größen werden eingeführt. Aus der Geschwindigkeitsverteilung nach Maxwell-Boltzmann lassen sich weitere wichtige Größen wie die Flächenstoßrate berechnen.

1 Beschreibung des Gaszustandes

1.1 Zustandsgrößen

Ein Stoff in fester oder flüssiger Form besitzt durch den Verbund seiner molekularen Teilchen ein bestimmtes Volumen, das von den Umgebungsbedingungen (Temperatur, Druck usw.) nur wenig abhängt und somit eine Eigenschaft der Stoffmenge ist. Ein Gas dagegen verhält sich anders: Wird eine bestimmte Menge Gas in einen Behälter gebracht, so verteilt sich diese auf das gesamte Behälterinnere und füllt den Behälter homogen aus. Je größer der Behälter ist, desto „dünner“ wird das Gas. Das Volumen des Gases wird somit vom *Volumen* V des Behälters bestimmt.

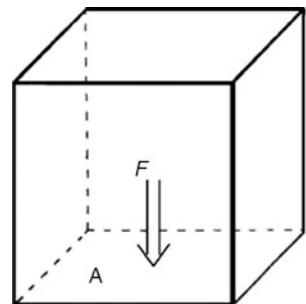
Das Gas in dem Behälter übt eine Kraft auf die Behälterwände aus (Abb. 1). Auf eine große Wandfläche wirkt eine größere Kraft als auf eine kleine Wandfläche. Sinnvoll ist es daher, den Begriff des *Drucks* p einzuführen. Die Größe „Druck“ ist

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

Abb. 1 Druck eines Gases auf die Behälterwand



definiert als das Verhältnis der Kraft F , die senkrecht auf ein Flächenelement der Behälterwand ausgeübt wird, zur Größe dieses Flächenelements A :

$$p := \frac{F}{A} \quad (1)$$

In der Vakuumtechnik wird unter dem Begriff „Druck“ in der Regel der *absolute Druck* (bezogen auf ideales Vakuum) verstanden. Der Druck ist eine wichtige Größe zur Beschreibung des Gaszustandes.

Als Vakuum bezeichnet man üblicherweise ein verdünntes Gas oder den entsprechenden Zustand, bei dem der Druck oder die Dichte kleiner ist als bei der umgebenden Atmosphäre (ISO 3529/1). In der DIN 28400/1 ist festgelegt, dass der Druck kleiner als 300 hPa sein muss, der kleinste auf der Erdoberfläche vorkommende Druck.

Aus der Definitionsgleichung Gl. 1 ergibt sich, dass der Druck eine abgeleitete Größe ist. Die Einheit des Drucks im Internationalen Einheitensystem (SI) ist

$$[p] = \frac{[F]}{[A]} = \frac{\text{Newton}}{\text{Meter}^2} = \text{Pascal} = \text{Pa} \quad (2)$$

Ein Pascal (Einheitenzeichen Pa) ist also derjenige Druck, bei dem senkrecht auf eine ebene Fläche der Größe 1 m^2 die Kraft von 1 N ($= 1 \text{ kg} \cdot \text{m} \cdot \text{s}^{-2}$) ausgeübt wird.

Im Gebrauch sind neben dem Pascal noch eine Reihe weiterer Einheiten. Tab. 1 stellt diese vor und erklärt, wie die Einheiten zustande kommen. Mit Hilfe der Umrechnungstabelle Tab. 2 können die verschiedenen Druckeinheiten ineinander umgerechnet werden. Tab. 3 teilt die Druckskala des Vakuums in vier Bereiche ein. Diese Bereiche unterscheiden sich durch die verwendbaren Vakumbehälter und deren Präparation, durch die Pumptypen, und die möglichen Dichtungsarten. Zuweilen wird auch noch das extreme Hochvakuum unter 10^{-10} Pa definiert, welches jedoch nur in sehr speziellen Laboratorien benötigt wird.

Neben dem Pa ist gemäß dem SI nur die Einheit bar (bzw. mbar) zulässig. Die Einheit „mmHg“ wird noch in der Medizin (Blutdruck, Augeninnendruck) verwendet. In den USA werden in der Vakuumtechnik häufig noch das „Torr“ und bei höheren Drücken das „psi“ benutzt.

Tab. 1 Druckeinheiten (nach Norm ISO 3529/1, Anhang A). Die Normfallbeschleunigung hat den Wert $g_n = 9,80665 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$

Einheitenzeichen	Einheit, Definition	Umrechnung
Bar	Bar	$1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$
Mbar	Millibar	$1 \text{ mbar} = 100 \text{ Pa}$
T	Torr = 1 / 760 des Normdrucks p_n	$1 \text{ Torr} = 101.325 / 760 \text{ Pa} \approx 133,322 \text{ Pa}$ $\approx 4 / 3 \text{ mbar}$
mmHg	Millimeter Quecksilber = Schweredruck (bei Normfallbeschleunigung) einer Quecksilbersäule (bei 0 °C) von 1 mm Höhe	$1 \text{ mmHg} \approx 133,322 \text{ Pa}$
μ	Mikron = Mikrometer Quecksilbersäule = Schweredruck (bei Normfallbeschleunigung) einer Quecksilbersäule (bei 0 °C) von 1 μm Höhe	$1 \mu\text{mHg} \approx 0,133322 \text{ Pa}$
Psi	pound-force per square inch = Druck durch Gewichtskraft (bei Normfallbeschleunigung) von 1 amerikanischem Pfund auf eine Fläche von 1 Quadratzoll	$1 \text{ psi} \approx 6894,76 \text{ Pa}$

Man hat einen bestimmten Druckwert, der etwa dem Druck der umgebenden Luft (durchschnittlicher Atmosphärendruck auf Meereshöhe) entspricht, als sogenannten *Normdruck* p_n definiert (ISO 554, ISO 3529/1, DIN 1343):

$$p_n := 101.325 \text{ Pa} \quad (3)$$

In Anwendungen der Vakuumtechnik, bei denen die Größe des Unterdrucks gegenüber dem Umgebungsdruck wichtig ist (z. B. Hebevorrichtungen mit Vakuumsauger) wird auch eine Größe „relatives Vakuum“ benutzt. Bei Normdruck hat man 0 % relatives Vakuum und bei idealem Vakuum (absoluter Druck Null) 100 % relatives Vakuum. Bei beliebigem Druck p berechnet sich das relative Vakuum gemäß der Beziehung

$$\text{relatives Vakuum} := \frac{p_n - p}{p_n} \cdot 100 \% \quad (4)$$

Beispiel 1

Eine Hebevorrichtung für Aluminiumbleche (oder Glasscheiben) erreicht in den Saugnäpfen einen Druck $p = 120 \text{ mbar}$. Das relative Vakuum beträgt also $[(1013 - 120) \text{ mbar}/1013 \text{ mbar}] \cdot 100 \% = 88 \%$.

Der Druck des Gases in einem Behälter verändert sich, wenn die Temperatur verändert wird. Somit ist auch die *Temperatur* eine wichtige Größe zur Kennzeichnung des Gaszustandes. Im praktischen Leben wird die Temperatur meist als Celsius-Temperatur angegeben. Als Formelzeichen der Celsius-Temperatur verwenden wir hier das ϑ (theta), $[\vartheta] = {}^\circ\text{C}$ (Grad Celsius).

Tab. 2 Umrechnungstabelle für Druckeinheiten (nicht zugelassene SI-Einheiten: at, atm, Torr, psi). Beispiele: 1 Torr = 1,333 22 mbar; 1 psi = 0,06895 bar; 1 bar = 14,5032 psi. Mit „atm“ wurde die Standardatmosphäre, mit „at“ die technische Atmosphäre bezeichnet

entspricht →	Pa	bar	mbar	at	atm	Torr	psi
1 Pa = 1 N/m ²	1	10 ⁻⁵	10 ⁻²	1,0197 · 10 ⁻⁵	9,8692 · 10 ⁻⁶	7,5006 · 10 ⁻³	1,4504 · 10 ⁻⁴
1 bar = 0,1 MPa	10 ⁵	1	1000	1,0197	0,98692	750,06	14,5032
1 mbar = 10 ² Pa	10 ²	10 ⁻³	1	1,0197 · 10 ⁻³	0,98692 · 10 ⁻³	0,75006	14,5032 · 10 ⁻³
1 atm = 1 kp/cm ²	98 066,5	0,980665	980,68	1	0,96784	735,56	14,2247
1 atm = 760 Torr	101 325	1,013 25	1013,25	1,033 23	1	760	14,6972
1 Torr = 1 mmHg	133,322	0,001 333 22	1,333 22	0,001 36	1,315 8 · 10 ⁻³	1	0,01934
1 psi	6894,8	0,068 95	68,95	0,070 3	0,068 04	51,715	1

Tab. 3 Druckbereiche der Vakuумtechnik und deren charakteristischen Größen (Zahlenangaben für Gase mit Stoßradien und molekularer Masse ähnlich Luft und 300 K, auf Zehnerpotenzen gerundet)

Größe	Symbol	Einheit	Abschnitt	Gleichung	Grobvakuum	Feinvakuum	Hochvakuum	Ultrahochvakuum
Druck	p	Pa	Abschn. 1.1	Gl. 1	$100\text{--}10^5$	$0,1\text{--}100$	$10^{-5}\text{--}0,1$	$<10^{-5}$
Teilchenanzahlichte n		cm^{-3}	Abschn. 1.1	Gl. 10	$10^{16}\text{--}10^{19}$	$10^{13}\text{--}10^{16}$	$10^9\text{--}10^{13}$	$<10^9$
Mittlere freie Länge \bar{l}		m	Abschn. 2.5	Gl. 49	$10^{-4}\text{--}10^{-7}$	$0,1\text{--}10^{-4}$	$10^3\text{--}0,1$	$>10^3$
Weglänge								
Flächenstoßrate j_N		$\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$	Abschn. 2.4	Gl. 45	$10^{20}\text{--}10^{23}$	$10^{17}\text{--}10^{20}$	$10^{13}\text{--}10^{17}$	$<10^{13}$
Volumenstoßrate χ		$\text{cm}^{-3} \text{s}^{-1}$	Abschn. 2.5	Gl. 54	$10^{23}\text{--}10^{29}$	$10^{17}\text{--}10^{23}$	$10^9\text{--}10^{17}$	$<10^9$
Monozett t_{mono}		s	► Kap. 11, „Sorption und Diffusion“		$10^{-8}\text{--}10^{-5}$	$10^{-2}\text{--}10^{-5}$	$100\text{--}10^{-2}$	>100
Art der Gasströmung					ViskoseStrömung (Übergangssströmung)	Knudsenströmung (Übergangssströmung)	Molekularströmung	Molekularströmung

Zur Beschreibung des Gaszustandes ist es günstiger, die Temperatur nicht als Celsius-Temperatur, sondern als thermodynamische Temperatur (bezogen auf die tiefstmögliche Temperatur) anzugeben. Diese Temperatur heißt Kelvin-Temperatur, das Formelzeichen ist T und die Einheit $[T]$ ist K (Kelvin). 1 K ist definiert als der 1 / 273,16-Teil der Temperatur des Tripelpunkts ($\vartheta = 0,01 \text{ }^\circ\text{C}$) von reinem Wasser.

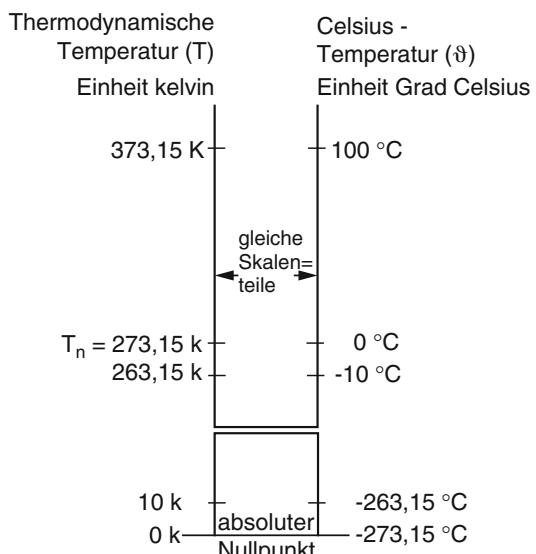
Der normale Gefrierpunkt des Wassers liegt dann bei $T_n = 273,15 \text{ K}$, so dass der Zusammenhang von thermodynamischer Temperatur T und CelsiusTemperatur ϑ durch folgende Gleichung gegeben ist (siehe Abb. 2):

$$\frac{T}{\text{K}} := \frac{\vartheta}{\text{°C}} + 273,15 \quad (5)$$

Zur Realisierung der Temperaturskala wurden internationale Vereinbarungen getroffen [1]: Die Internationale Temperaturskala von 1990 (ITS-90) [1] beruht auf 17 Fixpunkten (thermodynamischen Gleichgewichtszuständen zwischen den Phasen reiner Substanzen), siehe Tab. 4. Zwischentemperaturen werden aus der Anzeige von Normalgeräten mit vorgeschriebenen Interpolationsformeln ermittelt. Im Temperaturbereich 0,65 K–5 K dienen ^3He - bzw. ^4He -Dampfdruckthermometer, im Bereich 3 K–24,6 K Gasthermometer, oberhalb 13,8 K Platinwiderstandsthermometer und oberhalb 1235 K Spektralpyrometer als Normalgeräte. Die ITS-90 ist eine Approximation der thermodynamischen Temperaturskala, weicht aber durchaus geringfügig von ihr ab, abhängig von der jeweiligen Temperatur. Die ITS-90 ermöglicht aber durch die Festlegung der Fixpunkte und der Interpolationsformeln die internationale Vergleichbarkeit der Temperaturmessungen.

Man hat die Temperatur des Schmelzpunktes von Wasser als so genannte *Normtemperatur* definiert (ISO 554, ISO 3529/1, DIN 1343):

Abb. 2 Vergleich der Temperaturskalen nach Celsius und Kelvin



$$T_n := 273,15 \text{ K} \quad \vartheta_n := 0,00^\circ \text{C} \quad (6)$$

Haben Druck und Temperatur eines Gases jeweils den Normwert, so liegt das Gas im *Normzustand* vor.

Fassen wir zusammen: Der Zustand eines Gases in einem abgeschlossenen Behälter wird durch die drei *Zustandsgrößen*

- Volumen V
- Druck p
- Temperatur T oder ϑ

beschrieben.

1.2 Mengengrößen

Die Menge eines Gases (oder einer Flüssigkeit oder eines Festkörpers) kann auf verschiedene Weisen angegeben werden, nämlich durch

- Masse m
- Teilchenanzahl N
- Stoffmenge ν

Tab. 4 Definierende Fixpunkte der ITS-90 [1] und der provisorischen Tieftemperaturskala [2]

Gleichgewichtszustand	T_{90} in K	ϑ_{90} in $^\circ\text{C}$
Dampfdruck des Heliums	3 bis 5	-270,15 bis -268,15
Tripelpunkt des Gleichgewichtswasserstoffs ^a	13,8033	-259,3467
Dampfdruck des Gleichgewichtswasserstoffs (32,9 kPa)	17,035	-256,115
Dampfdruck des Gleichgewichtswasserstoffs (102,2 kPa)	20,27	-252,88
Tripelpunkt des Neons	24,5561	-248,5939
Tripelpunkt des Sauerstoffs	54,3584	-218,7916
Tripelpunkt des Argons	83,8058	-189,3442
Tripelpunkt des Quecksilbers	234,3156	-38,8344
Tripelpunkt des Wassers	273,16	0,01
Schmelzpunkt des Galliums	302,9146	29,7646
Erstarrungspunkt des Indiums	429,7485	156,5985
Erstarrungspunkt des Zircons	505,078	231,928
Erstarrungspunkt des Zinks	692,677	419,527
Erstarrungspunkt des Aluminiums	933,473	660,323
Erstarrungspunkt des Silbers	1234,93	961,78
Erstarrungspunkt des Goldes	1337,33	1064,18
Erstarrungspunkt des Kupfers	1357,77	1084,62

^a Beim Gleichgewichtswasserstoff ($e\text{-H}_2$) sind bei Raumtemperatur bei 75 % der H_2 -Moleküle die Spins der Atomkerne gleichgerichtet (ortho- H_2) und bei 25 % entgegengesetzt gerichtet (para- H_2).

Die Einheit der Masse m im Internationalen Einheitensystem (SI) ist das kg (Kilogramm). Zur Angabe der Menge eines Gases ist die Masse häufig unzweckmäßig, weil die Masse recht klein und daher schwer zu messen ist und weil das physikalische Verhalten von Gasen besser durch Teilchenanzahl oder Stoffmenge charakterisiert wird.

Da ein Gas aus vielen einzelnen Gasteilchen (Atomen und Molekülen) besteht, kann man die Menge eines Gases durch die Anzahl der einzelnen Teilchen angeben. Man nennt diese dimensionslose Größe *Teilchenanzahl* N . Die Teilchenanzahl ist eine anschauliche Größe und taucht häufig bei Berechnungen auf. Bei üblichen Gasmengen ist die Teilchenanzahl sehr groß und deshalb ist es praktisch unmöglich, sie direkt zu messen.

Eine praktische Angabe der Menge eines Gases ist die sogenannte Stoffmenge. Diese erhält man durch Normierung der tatsächlichen Menge eines Stoffes auf eine bestimmte Bezugsmenge, die im Internationalen Einheitensystem (SI) das Mol (Formelzeichen: mol) ist. Aus der *Avogadro-Konstanten* N_A

$$N_A = 6,022142 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1} \quad (7)$$

folgt, dass eine Menge von einem Mol eines beliebigen Stoffes gerade aus $6,022142 \cdot 10^{23}$ Teilchen besteht. Die Stoffmenge ν einer beliebigen Gasmenge lässt sich aus der Anzahl N seiner Gasteilchen berechnen:

$$\nu = \frac{N}{N_A} \quad (8)$$

Im Folgenden werden wir sehen, dass das Produkt $p \cdot V$ über Gl. 18, 19 und 20 proportional zu der Gasmenge ist. Bei einem Gas bekannter Temperatur T kann somit auch der „ pV -Wert“ bei T zur Angabe der Gasmenge herangezogen werden.

Füllt ein Gas das ihm zur Verfügung stehende Volumen gleichmäßig aus (homogene Raumausfüllung), so kann man seine *Dichte*, also die Menge bezogen auf das Volumen, berechnen:

$$\text{Massendichte (Dichte)} \rho := \frac{m}{V} \quad [\rho] = \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \quad (9)$$

$$\text{Teilchenanzahldichte } n := \frac{N}{V} \quad [n] = \frac{1}{\text{m}^3} \quad (10)$$

Bei den Namen der Gasteilchen unterscheidet man im Deutschen zwischen Atomen (einatomare Teilchen, z. B. Edelgase) und Molekülen (mehratomare Teilchen, z. B. Stickstoff). In der englischen Sprache bezeichnet das Wort „molecule“ häufig ein kleines Teilchen, ohne zwischen Atomen oder Molekülen zu unterscheiden.

Für Berechnungen ist es nützlich, die Masse m_T eines einzelnen Gasteilchens einzuführen. Die Masse m einer Gasmenge aus N Teilchen ergibt sich als Produkt aus Anzahl der Teilchen und der Masse eines Teilchens:

$$m = N \cdot m_T \quad [m] = [m_T] = \text{kg} \quad (11)$$

Ferner kann man die sogenannte *molare Masse M* eines Stoffes einführen:

$$M := \frac{m}{\nu} = N_A \cdot m_T \quad [M] = \frac{\text{kg}}{\text{mol}} \quad (12)$$

Da die Masse von Gasteilchen sehr klein ist, wird diese häufig nicht in der SI-Einheit kg angegeben, sondern in der Einheit der *atomaren Masseneinheit u* (früher auch atomare Massenkonstante genannt). Diese ist definiert als 1/12 der Masse des Isotops Kohlenstoff-12 und hat den Wert

$$u = 1,660539 \cdot 10^{-27} \text{ kg} \quad (13)$$

Zwischen der Avogadro-Konstanten N_A und der atomaren Masseneinheit u besteht aufgrund ihrer Definitionen eine einfache Beziehung:

$$N_A \cdot u \equiv \frac{\text{kg}}{10^3 \text{ mol}} \quad (14)$$

Ferner wird auch die relative Teilchenmasse M_r benutzt, die sich durch Normierung der Masse eines Teilchens auf die atomare Masseneinheit ergibt (siehe auch Tab. 5):

$$M_r = \frac{m_T}{u} \quad [M_r] = 1 \quad (15)$$

Für die relative Teilchenmasse von Atomen wird auch das Symbol A_r (relative Atommasse) benutzt.

Tab. 5 Beispiele für relative Teilchenmasse, Teilchenmasse und molare Masse

Teilchen	Relative Teilchenmasse M_r	Teilchenmasse m_T	Molare Masse M
He (Atom)	4,003	4,003 $u = 6,647 \cdot 10^{-27} \text{ kg}$	$4,003 \cdot 10^{-3} \text{ kg/mol}$
H ₂ (Molekül)	2,016	2,016 $u = 3,348 \cdot 10^{-27} \text{ kg}$	$2,016 \cdot 10^{-3} \text{ kg/mol}$
N ₂ (Molekül)	28,013	28,013 $u = 4,652 \cdot 10^{-26} \text{ kg}$	$28,013 \cdot 10^{-3} \text{ kg/mol}$
O ₂ (Molekül)	31,999	31,999 $u = 5,314 \cdot 10^{-26} \text{ kg}$	$31,999 \cdot 10^{-3} \text{ kg/mol}$
Ar (Atom)	39,948	39,948 $u = 6,634 \cdot 10^{-26} \text{ kg}$	$39,948 \cdot 10^{-3} \text{ kg/mol}$
CO ₂ (Molekül)	44,010	44,010 $u = 7,308 \cdot 10^{-26} \text{ kg}$	$44,010 \cdot 10^{-3} \text{ kg/mol}$

1.3 Zustandsgleichung des idealen Gases

Im 17. Jahrhundert führten *Boyle* in England und *Mariotte* in Frankreich Experimente mit festen Gasmengen durch, in denen sie den Zusammenhang zwischen Druck und Volumen untersuchten. Die Experimente zeigten, dass bei einer festen Gasmenge mit steigendem Druck p das Volumen V kleiner wird. Quantitativ wurde gefunden, dass das Produkt aus Druck und Volumen konstant ist bei konstanter Temperatur, dass also gilt (Boyle-Mariottesches Gesetz):

$$p \cdot V = \text{const} \quad \text{für eine feste Gasmenge bei } T = \text{const} \quad (16)$$

Amontons bemerkte 1704, dass eine Temperaturänderung eines Gases zu einer Druckänderung führt. Ende des 18. Jahrhunderts ergaben Experimente von *Charles* und *Gay-Lussac*, dass bei einer festen Gasmenge das Produkt $p \cdot V$ mit steigender Temperatur linear zunimmt. Umgekehrt nimmt mit fallender Temperatur das Produkt $p \cdot V$ linear ab und geht bei genügend kleiner Temperatur gegen Null. Hieraus wurde gefolgert, dass es eine tiefste Temperatur gibt, den im Abschn. 1.1 eingeführten Temperaturnullpunkt.

Zur Beschreibung der Gaseigenschaften ist es günstig, die sogenannte thermodynamische Temperatur T in der Einheit des Kelvin, um etwa 1900 von Lord *Kelvin* eingeführt, zu benutzen.

Damit ergibt sich die Zustandsgleichung des idealen Gases:

$$\frac{p \cdot V}{T} = \text{const} \quad \text{für eine feste Gasmenge} \quad (17)$$

Die Konstante „const“ ist proportional zur Gasmenge. Wenn man die Gasmenge durch Masse m , Teilchenanzahl N oder Stoffmenge ν angibt, erhält man die drei Formen der Zustandsgleichung des idealen Gases:

$$p \cdot V = m \cdot R_s \cdot T \quad (18)$$

$$p \cdot V = N \cdot k \cdot T \quad \text{oder} \quad p = nkT \quad (19)$$

$$p \cdot V = \nu \cdot R \cdot T \quad (20)$$

In den obigen Zustandsgleichungen sind folgende Fundamentalkonstanten (siehe Tab. 6) maßgebend:

$$\text{Boltzmannkonstante } k = 1,3806505 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \quad (21)$$

$$\begin{aligned} \text{molare Gaskonstante } R &= 8,314472 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \\ &= 8,314472 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \\ &= 83,14472 \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \end{aligned} \quad (22)$$

Tab. 6 International empfohlene Werte physikalischer Konstanten (CODATA unter <http://physics.nist.gov/cuu/Constants/index.html>). Wenn keine Standardunsicherheiten in Klammern angegeben sind, sind die Werte exakt, d. h. so vereinbart

Formelzeichen	Größenbezeichnung	Größenwert
c	Lichtgeschwindigkeit	$2,997\,992\,459 \cdot 10^8 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$
e	elektrische Elementarladung	$1,602\,176\,53(14) \cdot 10^{-19} \text{ C}$
g_n	Norm-Fall-Beschleunigung	$9,806\,65 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$
h	Planck-Konstante	$6,626\,0693(11) \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$
k^a	Boltzmann-Konstante	$1,380\,650\,5(23) \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$
m_e	Elektronen-Ruhe-Masse	$9,109\,382\,6(16) \cdot 10^{-31} \text{ kg}$
m_p	Protonenmasse	$1,672\,621\,71(29) \cdot 10^{-27} \text{ kg}$
m_n	Neutronenmasse	$1,674\,927\,28(29) \cdot 10^{-27} \text{ kg}$
m_p/m_e	Verhältnis Protonen- zu Elektronenmasse	$1836,152\,672\,61(85)$
m_u	atomare Masseneinheit (1 u)	$1,660\,538\,86(28) \cdot 10^{-27} \text{ kg}$
N_A	Avogadro-Konstante	$6,022\,141\,5(10) \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
$p_n^{b,c}$	Normdruck	$101\,325 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$
R	Allgemeine (molare) Gaskonstante	$8,314\,472(15) \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ $=83,145 \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ $=8,3145 \cdot 10^4 \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{kmol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ $=8,3145 \cdot 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{kmol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
T_n^b	Normtemperatur	$273,15 \text{ K}$
$V_{\text{molar, n}}$	Molares Normvolumen des idealen Gases	$22,413\,996(39) \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1}$
σ	Stefan-Boltzmann-Strahlungskonstante	$5,670\,400(40) \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$
e/m_e	Spezifische Ladung des Elektrons	$-1,758\,820\,12(15) \cdot 10^{11} \text{ C} \cdot \text{kg}^{-1}$

^a $k = R/N_A$

^b DIN 1343 schreibt statt des Index n für den Normzustand den Index std (Standard) vor

^c p_n wird auch als Standard-Atmosphäre (Symbol atm) bezeichnet (Dokument IUPAP 25, SUNAM-CO 87-1)

Dagegen hängt die Konstante R_s von der Gasart ab:

$$\text{spezifische Gaskonstante } R_s = \frac{k}{m_T} = \frac{R}{M} \quad [R_s] = \frac{\text{J}}{\text{kg} \cdot \text{K}} \quad (23)$$

Die Zustandsgleichung des idealen Gases erlaubt, das Volumen eines Gases pro Stoffmenge bei Normbedingungen ($p_n \equiv 101\,325 \text{ Pa}$, $T_n \equiv 273,15 \text{ K}$) zu berechnen. Dieses Volumen nennt man *molares Normvolumen* $V_{\text{molar, n}}$:

$$V_{\text{molar, n}} = \frac{R \cdot T_n}{p_n} = 22,413996 \cdot 10^{-3} \frac{\text{m}^3}{\text{mol}} \quad (24)$$

Eine Stoffmenge von 1 mol des idealen Gases nimmt somit bei Normbedingungen ein Volumen von rund 22,4 L ein.

Ferner kann auch die Teilchenanzahldichte n_n bei Normbedingungen berechnet werden (Loschmidt-Zahl):

$$n_n = \frac{P_n}{k \cdot T_n} = 2,686778 \cdot 10^{25} \text{ m}^{-3} \quad (25)$$

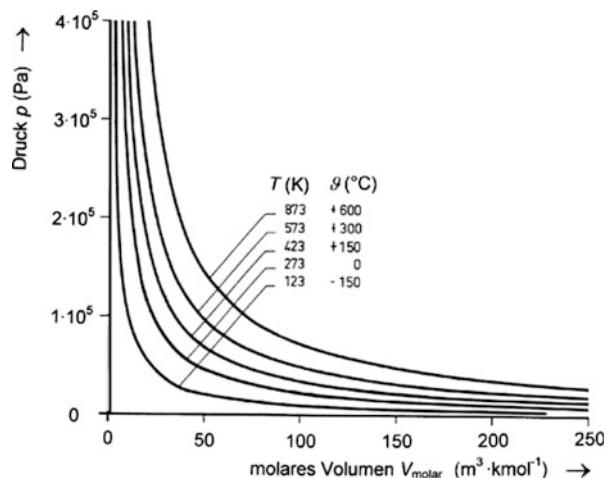
Die Zustandsgleichung des idealen Gases kann grafisch dargestellt werden. In einem p - V -Diagramm sind die Kurven bei konstanter Temperatur eine Schar von Hyperbeln, die *Isothermen* (Abb. 3).

Das Verhalten realer Gase weicht von dem des idealen Gases je nach Zustandsbedingungen mehr oder weniger ab, was im ► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“ noch genauer diskutiert wird. Beispielsweise ist bei dem Gas Luft unter Umgebungsbedingungen der Größenwert des Produktes $p \cdot V$ etwa 0,02 % kleiner als beim idealen Gas. Bei höheren Drücken und tieferen Temperaturen ergeben sich größere Abweichungen.

1.4 Gemisch verschiedener Gase

Bislang wurde angenommen, dass das betrachtete Gas nur aus Teilchen gleicher Masse besteht. In der Praxis liegen häufig Gasgemische vor, beispielsweise Luft. Nach Dalton ist der Totaldruck p_{tot} , den das Gasgemisch ausübt, gleich der Summe der Partialdrücke p_i der einzelnen Gase (jeweils gekennzeichnet durch den Index i), also (Daltonsches Gesetz):

Abb. 3 Isothermen des idealen Gases



$$p_{\text{tot}} = \sum_i p_i = \sum_i \frac{N_i \cdot k \cdot T}{V} = \frac{N \cdot k \cdot T}{V} \cdot \sum_i \frac{N_i}{N} \quad (26)$$

In dieser Gleichung wurde die Anzahl der Gasteilchen N_i der Gasart i sowie die Gesamtzahl $N = \sum N_i$ aller Gasteilchen eingeführt. Das Verhältnis N_i/N , also die Anzahl von Teilchen der Gasart i zur Gesamtzahl, entspricht gerade dem relativen Volumenanteil des Gases i , aber auch dem Verhältnis p_i/p_{tot} .

Für viele Berechnungen ist es praktisch, das Gas so zu behandeln, als ob es nur aus fiktiven Gasteilchen mit einer mittleren molaren Masse \bar{M} bestehen würde. Diese ergibt sich aus dem gewichteten Mittelwert:

$$\bar{M} = \frac{\sum_i \left(M_i \cdot \frac{N_i}{N} \right)}{\sum_i \frac{N_i}{N}} \quad (27)$$

Als Beispiel wollen wir die Luft betrachten. In der Tab. 7 ist die Luftpzusammensetzung aufgeführt. Man kann sich die Zusammensetzung der Luft so vorstellen, dass 780,8 L Stickstoff, 209,5 L Sauerstoff, 9,3 L Argon und 0,4 L Kohlendioxyd zusammengebracht und vermischt werden und dann gerade 1000 L trockene Luft ergeben. Die molaren Massen dieser wesentlichen Komponenten ergeben sich aus Tab. 5. Die mittlere molare Masse des Gasgemisches Luft erhält man nun durch Einsetzen in Gl. 27:

$$\begin{aligned} \bar{M} &= \frac{(28,013 \cdot 0,78083 + 31,999 \cdot 0,20945 + 39,948 \cdot 0,009331 + 44,010 \cdot 0,00037) \cdot 10^{-3} \text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}}{0,7808 + 0,2095 + 0,0093 + 0,0004} \\ &= 28,965 \cdot \text{kg} \cdot \text{mol}^{-1} \end{aligned} \quad (28)$$

Eine Berechnung unter Berücksichtigung aller Komponenten ergibt den in Tab. 7 angegebenen Wert der mittleren molaren Masse.

Die Dichte ρ eines Gases erhält man durch Umformen von Gl. 27 zu

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{p \cdot M}{R \cdot T} \quad (29)$$

Beispiel 2

Die Dichte von trockener Luft im Normzustand (101325 Pa, 273,15 K) beträgt:

$$\rho = \frac{101325 \text{Pa} \cdot 28,964 \cdot 10^{-3} \text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}}{8,314472 \text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \text{K}^{-1} \cdot 273,15 \text{K}} = 1,2922 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \quad (30)$$

Tab. 7 Die relativen Volumenanteile trockener Luft, die auf den Luftdruck $p = 1000$ hPa bezogenen Partialdrücke und die relativen Massenanteile der Bestandteile. Die angegebenen Werte für N₂, O₂, Ar, und CO₂ beruhen auf einer Veröffentlichung von 2004 [3] und ersetzen ältere empfohlene Werte [4]. Der Volumenanteil von CO₂ schwankt regional und zeitlich, jedoch sind O₂ und CO₂ lokal antikorreliert und die Summe der Volumenanteile von O₂ und CO₂ liegt konstant bei 20,982 %. Die Dichte trockener Luft bei 1013,2 hPa und 0 °C (Normzustand) beträgt 1,2924 kg/m³. Die mittlere molare Masse trockener Luft liegt bei 28,968 g/mol

Bestandteil	Volumenanteil ^a %	Partialdruck hPa bei $p_{\text{tot}} = 1000$ hPa	Massenanteil %
Stickstoff N ₂	78,083	780,83	75,5167
Sauerstoff O ₂	20,945	209,45	23,1385
Argon Ar	0,9331	9,33	1,2869
Kohlendioxid CO ₂	0,0369	0,37	0,0561
Neon Ne	$1,8 \cdot 10^{-3}$	$1,8 \cdot 10^{-2}$	$1,3 \cdot 10^{-3}$
Helium He	$5,2 \cdot 10^{-4}$	$5,2 \cdot 10^{-3}$	$7,2 \cdot 10^{-5}$
Methan CH ₄	$1,5 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$8,3 \cdot 10^{-5}$
Krypton Kr	$1,1 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-3}$	$3,2 \cdot 10^{-4}$
Wasserstoff H ₂	$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$3,5 \cdot 10^{-6}$
Distickstoffoxid N ₂ O	$3 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$4,6 \cdot 10^{-5}$
Xenon Xe	$1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$4,5 \cdot 10^{-5}$
Ammoniak NH ₃	$2,6 \cdot 10^{-6}$	$2,6 \cdot 10^{-5}$	$2,8 \cdot 10^{-6}$
Ozon O ₃	$2 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$3,3 \cdot 10^{-6}$
Wasserstoffperoxid H ₂ O ₂	$4 \cdot 10^{-8}$	$4 \cdot 10^{-7}$	$4,7 \cdot 10^{-8}$
Jod I ₂	$3,5 \cdot 10^{-9}$	$43,5 \cdot 10^{-8}$	$1,5 \cdot 10^{-8}$
Radon Rn	$7 \cdot 10^{-18}$	$7 \cdot 10^{-17}$	$5,4 \cdot 10^{-17}$

Umgebungsluft enthält außer diesen Bestandteilen wechselnde Mengen Wasserdampf und Kohlenmonoxid. Die unten angegebenen Werte beziehen sich für Wasserdampf auf den Sättigungszustand bei 293 K. Für Kohlenmonoxid sind Werte einer Großstadt aufgeführt.

Wasserdampf H ₂ O	$\leq 2,3$	$\leq 23,3$	
Kohlenmonoxid CO	$\leq 2 \cdot 10^{-5}$	$\leq 2 \cdot 10^{-4}$	

^a Volumenanteil = Stoffmengenanteil

2 Kinetische Gastheorie

2.1 Modellvorstellung

Ein Gas füllt einen ihm zur Verfügung stehenden Raum vollständig aus und zeigt eine Reihe *makroskopischer* Eigenschaften: Es besitzt eine Temperatur und übt einen von der Temperatur abhängigen Druck auf die Wände aus. Die Zustandsgrößen Druck, Volumen und Temperatur sind über eine Zustandsgleichung (Gl. 18, 19 und 20) miteinander verknüpft. Weiterhin besitzt ein Gas die Fähigkeit, Reibkräfte zwischen bewegten Flächen zu übertragen (Viskosität), Wärmeenergie zwischen Flächen unterschiedlicher Temperatur zu transportieren (Wär-

meleitfähigkeit) und die Ausbreitung molekularer Teilchen zu beeinflussen (Diffusion).

Diese verschiedenen Eigenschaften eines Gases lassen sich aus dem *mikroskopischen* Verhalten der einzelnen Gasteilchen (Atome, Moleküle) im Rahmen der kinetischen Gastheorie verstehen. Diese Theorie basiert auf der Vorstellung, dass ein Gas aus sehr vielen, winzigen Teilchen besteht, die sich thermisch bewegen (Kinetik). Die sich bewegenden Teilchen stoßen sowohl untereinander als auch mit den Behälterwänden. Bei allen Stößen bleibt die Gesamtenergie erhalten, da die Stöße elastisch sind. Beim Stoß ändern sich jedoch die Geschwindigkeiten der Stoßpartner nach Betrag und Richtung gemäß den Stoßgesetzen der Mechanik. Im Rahmen der kinetischen Gastheorie werden aus der mikroskopischen Bewegung der einzelnen Teilchen die makroskopischen Eigenchaften des Gases abgeleitet.

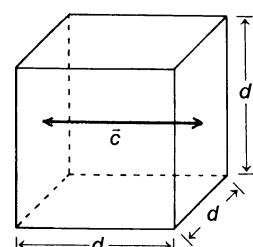
Die kinetische Gastheorie wurde Mitte des 19. Jahrhunderts von *Krönig* in Berlin als Modell entwickelt. Sie wurde später experimentell bestätigt und hat sich als sehr erfolgreich erwiesen. Das Modell erlaubt, den Wanddruck als Folge vieler einzelner Molekülstöße zu berechnen und somit die Zustandsgleichung des Gases herzuleiten. Weiterhin können auch die Transporteigenschaften Viskosität, Wärmeleitfähigkeit und Diffusion anschaulich abgeleitet werden, was im Folgenden kurz beschrieben ist.

Im einfachsten Modell der kinetischen Gastheorie werden die Gasteilchen als kleine *harte Kugeln* mit festem Durchmesser betrachtet, die sich bei einem Stoß – wie Billardkugeln – praktisch nicht verändern. Diese Vorstellung, die diesem Kapitel zugrunde liegt, liefert häufig schon eine gute Beschreibung der Wirklichkeit. In der Weiterentwicklung des Modells kann man aber auch weiche Kugeln annehmen, die sich während eines Stoßes wie Gummibälle verformen und sich zudem bei Annäherung anziehen (► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“).

2.2 Wanddruck als Folge von Teilchenstößen

Zur Berechnung des Wanddrucks wird das *Harte-Kugel-Modell* der Gasteilchen angenommen, wobei die Teilchen eine vernachlässigbar kleine Größe haben sollen. In einem Volumen V , das der Einfachheit halber als Würfel mit der Kantenlänge d angenommen ist (Abb. 4), befindet sich eine Anzahl N von Gasteilchen, die je die

Abb. 4 Teilchenbewegung in einem Würfel und resultierender Wanddruck



Masse m_T besitzen. Die Teilchen sind im Volumen gleichmäßig (homogen) verteilt und schwirren in ungeordneter Bewegung durcheinander (kinetische Bewegung); ihre Geschwindigkeitsrichtungen sind räumlich isotrop verteilt.

Von allen Gasteilchen bewegt sich jeweils ein Drittel, also $1/3 N$, in oder entgegen der Richtung der x -, y - und z -Achse. Wir betrachten nun ein einzelnes Teilchen, das in horizontaler Richtung zwischen den begrenzenden Würfelwänden hin und herfliegt. Das Teilchen möge eine konstante Geschwindigkeit c haben. Vor einem Wandstoß fliegt es mit dem Impuls $m_T \cdot c$ auf die Wand zu, nach einem Wandstoß mit dem Impuls $-m_T \cdot c$ von der Wand weg. Der Impuls ändert sich somit beim Stoß um den Betrag $2 \cdot m_T \cdot c$.

Wenn das Teilchen mit der konstanten Geschwindigkeit c fliegt, so trifft es in regelmäßigen Zeitabständen auf eine Wand. Die Stoßfrequenz, also die Zahl der Stöße pro Zeit, ergibt sich als Quotient von Geschwindigkeit c und Wegstrecke ($2 \cdot d$ für Hin- und Rückweg), also $c/(2 \cdot d)$.

Die auf die Wand ausgeübte Kraft ist nach den Gesetzen der Mechanik gerade das Produkt aus Impulsänderung pro Stoß und Stoßfrequenz, also

$$\text{Wandkraft durch ein Teilchen} = 2 \cdot m_T \cdot c \cdot \frac{c}{2 \cdot d} = \frac{m_T \cdot c^2}{d} \quad (31)$$

Aus der Kraft errechnet sich der Druck, indem man die Wandkraft durch die Wandfläche (d^2) teilt:

$$\text{Wanddruck durch ein Teilchen} = \frac{m_T \cdot c^2}{d^2} \cdot \frac{1}{d^2} = \frac{m_T \cdot c^2}{d^3} \quad (32)$$

Nun kann man für d^3 das Volumen V schreiben. Den Druck des gesamten Gases auf die Wand erhält man dadurch, dass man den durch ein einzelnes Teilchen verursachten Wanddruck mit der Anzahl der auf die Wand treffenden Teilchen ($1/3 N$) multipliziert:

$$p = \frac{m_T \cdot c^2}{d^3} \cdot \frac{N}{3} = \frac{N}{3} \cdot \frac{m_T \cdot c^2}{V} \quad (33)$$

Durch Umstellen ergibt sich schließlich:

$$p \cdot V = N \cdot \frac{m_T \cdot c^2}{3} \quad (34)$$

Vergleicht man die soeben im Rahmen der kinetischen Gastheorie hergeleitete Gl. 33 mit der experimentell gefundenen Zustandsgleichung Gl. 19, so ergibt sich Übereinstimmung, wenn die Geschwindigkeit c folgende Beziehung erfüllt:

$$c = \sqrt{\frac{3 \cdot k \cdot T}{m_T}} \quad (35)$$

Oder nach Umschreiben mittels Gl. 23

$$c = \sqrt{\frac{3 \cdot R \cdot T}{M}} = \sqrt{3 \cdot R_s \cdot T} \quad (36)$$

Beispiel 3

Die Geschwindigkeit eines fiktiven Luftteilchens (Tab. 7) bei 20 °C beträgt:

$$c(\text{Luft}) = \sqrt{\frac{3 \cdot 8,314472 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1} \cdot 293,15 \text{ K}}{0,028968 \text{ kg mol}^{-1}}} = 502 \frac{\text{m}}{\text{s}} \quad (37)$$

Die Geschwindigkeit eines fiktiven Luftteilchens ist also sehr groß, höher als die Schallgeschwindigkeit (343 m/s bei 20 °C). Die Schallgeschwindigkeit muss kleiner sein, weil Schall ja als Druckschwankung durch die Gasteilchen übertragen wird.

Aus Gl. 35 ergibt sich ferner, dass mit steigender Temperatur die Gasteilchen schneller werden und dass schwere Gasteilchen langsamer sind als leichte.

2.3 Geschwindigkeitsverteilung von Maxwell und Boltzmann

Im vorigen Abschnitt wurde angenommen, dass alle Gasteilchen die gleiche Geschwindigkeit c haben. Gegenseitige Stöße der Teilchen wurden vernachlässigt. Tatsächlich kommt es infolge der endlichen Teilchengröße jedoch zu gegenseitigen Stößen. Je nachdem, auf welche Weise zwei Teilchen aufeinander auftreffen (frontal oder eher streifend), ändern sich beim Stoß Richtung und Betrag ihrer Geschwindigkeiten. Ähnliche Überlegungen gelten für den Wandstoß. Eine reale Behälterwand ist nicht eine ruhende ebene Fläche, sondern sie ist mikroskopisch uneben und bewegt sich thermisch, so dass der Wandstoß nicht eine einfache Reflexion darstellt.

Insgesamt kommt es in einem Gas zu sehr vielen Stößen, die aufgrund ihrer Vielzahl einzeln nicht erfassbar sind. Damit entsteht zunächst der Eindruck, dass sich quantitative Aussagen der Gaseigenschaften aus dem mikroskopischen Verhalten nicht herleiten lassen. Das ist jedoch nicht so. Aufgrund der sehr großen Anzahl von Teilchen können die Mittelwerte ihrer Bewegungsgrößen sehr genau bestimmt werden.

Beschäftigen wir uns zunächst mit der Teilchengeschwindigkeit. Aus generellen Symmetrievergleichungen kommen alle Bewegungsrichtungen (beliebige Orientierung im Raum) gleich häufig vor. Betrachtet man die Geschwindigkeitskomponente aller Gasteilchen bezüglich einer beliebig gewählten Richtung, z. B. der x -Richtung, so gibt es Teilchen mit unterschiedlichen Werten, die positiv (in der gewählten Richtung) und negativ (entgegen der gewählten Richtung) sind. Man

kann dieses Verhalten mathematisch durch eine Verteilungsfunktion beschreiben, z. B. durch die Funktion F_1 für die normierte x -Geschwindigkeitskomponente c_x . Die Normierung erfolgt durch Division durch die wahrscheinlichste Geschwindigkeit c_w (siehe Gl. (39) weiter unten):

$$F_1\left(\frac{c_x}{c_w}\right) := \frac{1}{N} \cdot \frac{dN}{d(c_x/c_w)} \quad (38)$$

Hierin bedeutet dN die Anzahl derjenigen Teilchen aus der Gesamtzahl N , die eine Geschwindigkeit in dem Intervall von c_x/c_w bis $(c_x+dc_x)/c_w$ besitzen. Da alle vorhandenen Teilchen erfasst werden, gilt die Normierungsbedingung:

$$\int_{-\infty}^{+\infty} F_1\left(\frac{c_x}{c_w}\right) d\left(\frac{c_x}{c_w}\right) = 1 \quad (39)$$

Wie sieht nun die Geschwindigkeitsverteilung F_1 aus? *Maxwell* hat etwa 1860 für die Verteilung eine Gauß'sche Glockenkurve angenommen. *Boltzmann* hat etwa ein Jahrzehnt später die absolute Größe der Geschwindigkeit bestimmt. Diese Geschwindigkeitsverteilung heißt daher Maxwell-Boltzmann-Verteilung (Abb. 5). Man hat diese später theoretisch im Rahmen der statistischen Mechanik exakt hergeleitet [5]. Moderne Computersimulationen, bei denen die Bewegung und die Stöße einer großen Anzahl von Gasteilchen berechnet werden, sowie viele Experimente haben diese Verteilung bestätigt. Sie lautet:

$$F_1\left(\frac{c_x}{c_w}\right) = \frac{1}{\sqrt{\pi}} \cdot \exp\left(-\frac{c_x^2}{c_w^2}\right) \quad (40)$$

Diese eindimensionale Geschwindigkeitsverteilung ist symmetrisch zur Ordinatenachse, da positive und negative Geschwindigkeitswerte in Achsrichtung gleich häufig sind.

Aus der Verteilung F_1 der Geschwindigkeitskomponente in einer Richtung lässt sich die Verteilung F_0 der Beträge der Geschwindigkeit durch Integration bestimmen. Durch Ausrechnen findet man hierfür den untenstehenden Ausdruck, der in Abb. 6 gezeigt ist:

$$F_0\left(\frac{c}{c_w}\right) = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{c^2}{c_w^2} \exp\left(-\frac{c^2}{c_w^2}\right) \quad (41)$$

Bei der Normierung wurde bereits die *wahrscheinlichste Geschwindigkeit* c_w benutzt, die den Geschwindigkeitswert angibt, bei dem die Verteilungsfunktion F_0 ihr Maximum hat. Zur Beschreibung makroskopischer Phänomene kann es günstiger sein, andere Geschwindigkeitswerte zu benutzen. Die *mittlere Geschwindigkeit* \bar{c} erhält man als gewichteten Mittelwert der Geschwindigkeitsbeträge der Gasteilchen. Die *effektive Geschwindigkeit* c_{eff} erhält man dadurch, dass man die Wurzel aus dem gewichteten Mittelwert der quadrierten Geschwindigkeitsbeträge der Gasteilchen zieht. Durch Ausrechnen findet man folgende Werte:

$$\begin{aligned}
 \text{wahrsch. Geschwindigkeit } c_w &= \sqrt{\frac{2 \cdot k \cdot T}{m_T}} = \sqrt{\frac{2 \cdot R \cdot T}{M}} = \sqrt{2 \cdot R_s \cdot T} \\
 &= \sqrt{\frac{2 \cdot p}{\rho}}
 \end{aligned} \tag{42}$$

Abb. 5 Verteilungsfunktion der normierten eindimensionalen Teilchengeschwindigkeit c_x nach Maxwell und Boltzmann

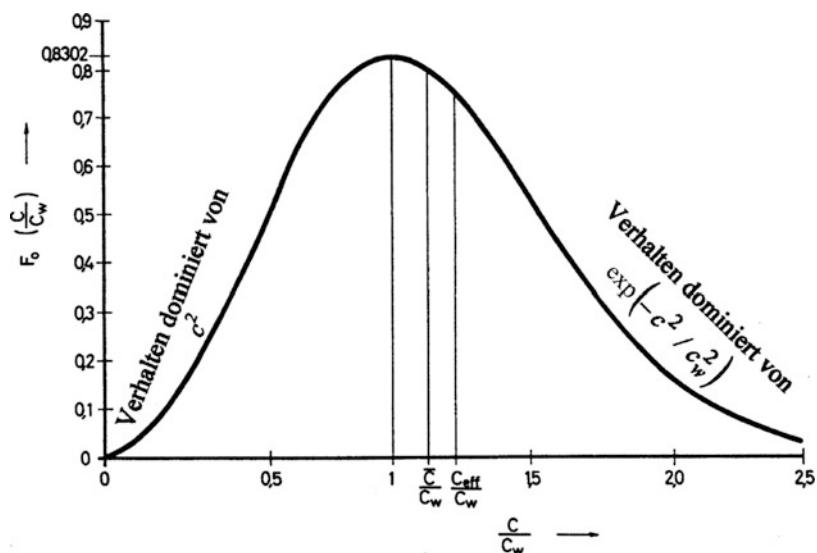
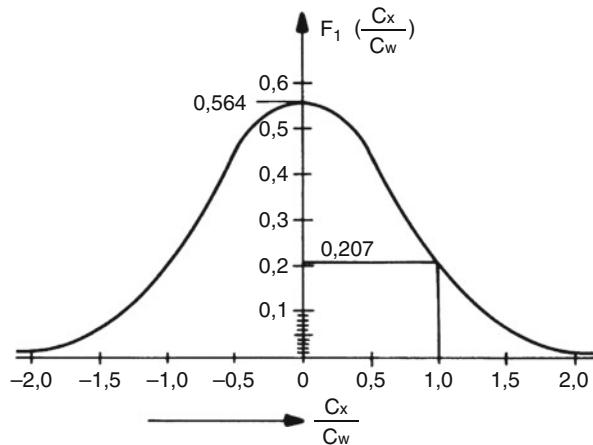


Abb. 6 Normierte Verteilungsfunktion der Beträge der Teilchengeschwindigkeit c nach Maxwell und Boltzmann

$$\begin{aligned} \text{mittlere Geschwindigkeit } \bar{c} &= \sqrt{\frac{8 \cdot k \cdot T}{\pi \cdot m_T}} = \sqrt{\frac{8 \cdot R \cdot T}{\pi \cdot M}} = \sqrt{\frac{8}{\pi} \cdot R_s \cdot T} \\ &= \sqrt{\frac{8 \cdot p}{\pi \cdot \rho}} \end{aligned} \quad (43)$$

$$\begin{aligned} \text{effektive Geschwindigkeit } c_{\text{eff}} &= \sqrt{\frac{3 \cdot k \cdot T}{m_T}} = \sqrt{\frac{3 \cdot R \cdot T}{M}} = \sqrt{3 \cdot R_s \cdot T} \\ &= \sqrt{\frac{3 \cdot p}{\rho}} \end{aligned} \quad (44)$$

Tab. 8 gibt Werte für diese Geschwindigkeiten für einige wichtige Gase der Vakuumtechnik an.

2.4 Flächenstoßrate und Effusion

Viele makroskopische Eigenschaften eines Gases, wie z. B. der Druck, werden von der Auftreffrate der Gasteilchen auf eine Fläche bestimmt. Man führt hier den Begriff der *Flächenstoßrate* j_N ein, die auch Wandstromdichte genannt wird. Diese ist definiert als Anzahl der Teilchenstöße auf eine Fläche pro Flächengröße und Zeit. Man kann die Flächenstoßrate in der kinetischen Gastheorie unter Annahme der Geschwindigkeitsverteilung von Maxwell und Boltzmann berechnen:

Tab. 8 Die wahrscheinlichste (c_w), Gl. 40 mittlere (c) (Gl. 41) und effektive (c_{eff}) Geschwindigkeit (Gl. 42) wichtiger Gasmoleküle bzw. Atome und eines fiktiven Luftteilchens entsprechend der mittleren molekularen Masse trockener Luft

Gasart	Chemisches Zeichen	Molare	c_w	\bar{c}				c_{eff}	
		Massa		$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$					
		g/mol			23 °C	0 °C	23 °C		
Wasserstoff	H ₂	2,016	1563	1694	1764	1980	1914		
Helium	He	4,003	1109	1202	1252	1405	1358		
Methan	CH ₄	16,043	554	600	625	702	679		
Wasserdampf	H ₂ O	18,015	523	567	590	662	640		
Neon	Ne	20,18	494	535	557	626	605		
Stickstoff	N ₂	28,0134	419	454	473	531	514		
Luft (trocken)	0,78 N ₂ + 0,21 O ₂ + 0,01 Ar	28,965	412	447	465	522	505		
Sauerstoff	O ₂	31,9988	392	425	443	497	480		
Argon	Ar	39,948	351	380	396	445	430		
Kohlendioxid	CO ₂	44,01	335	363	377	424	410		
Krypton	Kr	83,8	242	263	274	307	297		
Xenon	Xe	131,29	194	210	219	245	237		

$$\text{Flächenstoßrate } j_N := \frac{\text{Anzahl der Wandstöße}}{\text{Wandfläche} \times \text{Zeit}} = \frac{N}{A \cdot t} = \frac{n \cdot \bar{c}}{4} = \frac{p \cdot \bar{c}}{4 \cdot k \cdot T} \quad (45)$$

Ein Anwendungsbeispiel für die Flächenstoßrate ist die Gasströmung durch eine Wandöffnung, die auch *Effusion* (Ausströmung) genannt wird (Abb. 7). Ein Behälter ist von einem evakuierten Raum durch eine dünnwandige Wand getrennt, die ein kleines Loch der Fläche A hat.

Herrschen im Behälter links der Wand W der Druck p_1 und die Temperatur T_1 und im Raum rechts der Wand ein vernachlässigbar kleiner Druck, so beträgt der Teilchenstrom (= Anzahl der Teilchen pro Zeit) der aus dem Behälter ausströmenden Teilchen:

$$\text{Effusions-Teilchenstrom } q_N := \frac{\text{Anzahl der Teilchen}}{\text{Zeit}} = j_N \cdot A = \frac{p \cdot \bar{c}}{4 \cdot k \cdot T} \cdot A = \frac{n \cdot \bar{c}}{4} \cdot A \quad (46)$$

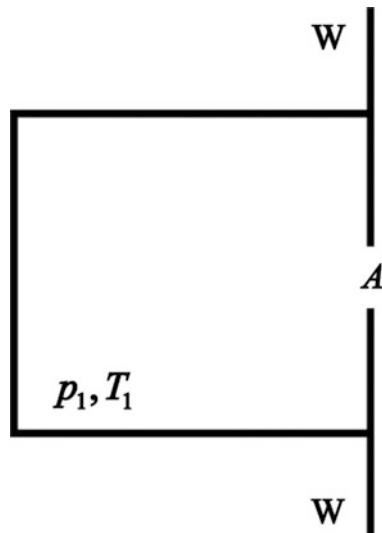
Voraussetzung für die Gültigkeit dieser Gleichung ist, dass der Druck so klein ist, dass im Bereich der Öffnung keine störenden gegenseitigen Stöße der Gasteilchen auftreten (Molekularströmung). Aus obiger Gleichung erhält man für den Volumenstrom des ausströmenden Gases:

$$\text{Effusions-Volumenstrom } q_v := \frac{\text{ausströmendes Gasvolumen}}{\text{Zeit}} = \frac{\Delta V}{\Delta t} = \frac{\Delta N/n}{\Delta t} = \frac{\bar{c}}{4} \cdot A \quad (47)$$

Beispiel 4

Im Behälter (Abb. 7) befindet sich Luft mit Druck $p = 1 \text{ mPa}$ und Temperatur 20°C , die Öffnung sei $A = 1 \text{ cm}^2$ groß. Mit $\bar{c} = 463 \text{ m/s}$ und $T = 293 \text{ K}$ errechnet man für den austretenden Gasstrom:

Abb. 7 Effusion
(Ausströmung) aus einem
Behälter



$$q_N = \frac{10^{-3} \text{ Pa} \cdot 463 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}}{4 \cdot 1,381 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 293} \text{ K} \cdot 1 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 = 2,86 \cdot 10^{15} \text{ s}^{-1} \quad (48)$$

$$q_V = \frac{463 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}}{4} \cdot 1 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 = 0,0116 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} = 11,6 \frac{\text{l}}{\text{s}} \quad (49)$$

2.5 Größe der Gasteilchen, freie Weglänge

Bislang haben wir keine Aussage über die Größe der Gasteilchen gemacht. Diese haben eine winzige Größe, die man auf verschiedene Weisen bestimmen kann, wie nun diskutiert wird.

Kühlt man ein Gas genügend tief ab, so wird es zunächst flüssig und schließlich fest. Dabei entsteht aus einer bestimmten Menge Gas eine Flüssigkeit oder ein Festkörper mit bestimmtem Volumen. Plausibel ist die Annahme, dass sich im Festkörper die einzelnen Atome bzw. Moleküle in Form von Kügelchen dicht aneinander befinden. Mit diesem Modell kann man das von einem einzigen Teilchen beanspruchte Volumen ausrechnen, indem man die Masse eines Teilchens durch die Dichte des Festkörpers teilt. Aus dem beanspruchten Volumen kann man dann den Durchmesser des Kügelchens ausrechnen, wenn man noch eine Annahme über die gegenseitige Anordnung der Kügelchen im Festkörper macht.

Beispiel 5

Stickstoff ist bei 4 K ein Festkörper mit der Dichte $1035 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. Das von einem Stickstoff-Molekül beanspruchte Volumen beträgt $28 \cdot u / 1035 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} = 4,5 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3$, was einem Würfel mit der Kantenlänge $3,6 \cdot 10^{-10} \text{ m} = 0,36 \text{ nm}$ entspricht.

Der Abstand zweier Teilchen eines Festkörpers und damit ihre Größe lässt sich ermitteln, indem experimentelle Methoden wie die Strukturanalyse durch Röntgen-Beugung oder das Rastern mit einem Kraftmikroskop angewandt werden. Man findet, dass der Durchmesser einfacher Gasteilchen (z. B. Edelgasatome) typisch etwa $3 \cdot 10^{-10} \text{ m} = 0,3 \text{ nm}$ beträgt – recht unabhängig von der Art des Teilchens. Da Gasteilchen tatsächlich keine harten Kügelchen sind, ist ihre Größe nicht eindeutig, sondern hängt vom betrachteten Prozess ab, wie im ► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“ noch diskutiert wird.

Die endliche Größe der Teilchen führt dazu, dass diese bei ihrer kinetischen Bewegung nicht mehr aneinander vorbeifliegen, sondern dass es zu einem Stoß kommt. Sie berühren sich, wenn der Abstand ihrer Mittelpunkte beim Vorbeiflug kleiner wird als ihr Durchmesser. Infolge der Teilchenstöße ist der Weg eines einzelnen Teilchen ein Zickzackkurs (Abb. 8).

Die Wegstrecken, die ein Teilchen zwischen zwei aufeinanderfolgenden Stößen zurücklegt, sind infolge der statistischen Teilchenbewegung unterschiedlich lang.

Man kann einen Mittelwert dieser Weglängen definieren, die so genannte *mittlere freie Weglänge* \bar{l} .

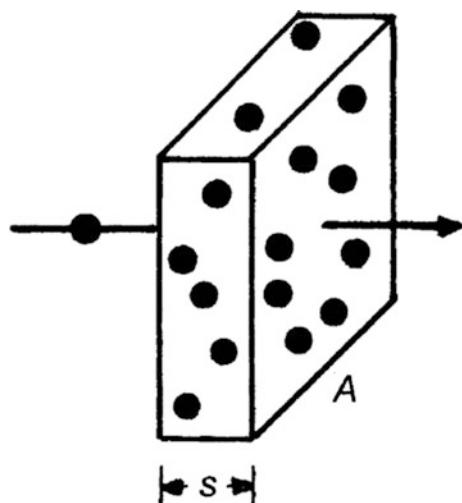
Wir wollen im Folgenden diese mittlere freie Weglänge berechnen, unter der Annahme, dass die Gasteilchen kleine harte Kugeln mit Durchmesser d sind, die, außer während der elastischen Stöße, keine Kräfte untereinander ausüben. Zunächst betrachten wir den vereinfachten Fall, dass ein Gasteilchen sich durch ein gedachtes Gasvolumen V (Querschnittsfläche A , Dicke s) bewegt, in dem sich gleichartige, ruhende Gasteilchen befinden (Abb. 9).

Ein sich bewegendes Gasteilchen stößt mit einem ruhenden Gasteilchen in diesem Volumen zusammen, wenn der Abstand ihrer beiden Mittelpunkte kleiner wird als der Teilchendurchmesser d . Damit ist die wirksame Stoßfläche (senkrecht zur Teilchenbahn) für diesen bestimmten Stoß gerade gleich $\pi \cdot d^2$. Für alle mögli-

Abb. 8 Zickzackweg eines einzelnen Teilchens in einem Gas



Abb. 9 Weg eines Gasteilchens durch ein Gasvolumen



chen Stoße ergibt sich die gesamte wirksame Stoßfläche durch Multiplikation der Einzelfläche mit der Anzahl N der Atome im Volumen:

$$\text{gesamte Stoßfläche} = N \cdot \pi \cdot d^2 = n \cdot V \cdot \pi \cdot d^2 = n \cdot A \cdot s \cdot \pi \cdot d^2 \quad (50)$$

Je größer die Schichtdicke s ist, desto eher kommt es zu einem Stoß. Im Fall einer statistischen (unregelmäßigen) Anordnung der ruhenden Gasteilchen in dem Volumen hat die Schichtdicke gerade den Wert der mittleren freien Weglänge, also $s = \bar{l}$, wenn die gesamte wirksame Stoßfläche (Gl. 50) gleich der geometrischen Fläche A ist. Hieraus ergibt sich die Bedingung:

$$\bar{l} = \frac{1}{\pi \cdot d^2 \cdot n} \quad (\text{Gasteilchen im Volumen als ruhend angenommen}) \quad (51)$$

Aufgrund der statistischen Anordnung der Gasteilchen im Volumen passiert ein einlaufendes Gasteilchen die Strecke $s = \bar{l}$ mit einer Wahrscheinlichkeit von 37 % ohne Stoß und die Strecke $s = 4 \cdot \bar{l}$, noch mit einer Wahrscheinlichkeit von knapp 2 % ohne Stoß.

In Wirklichkeit bewegen sich *alle* Gasteilchen mit einer statistischen Geschwindigkeitsverteilung nach Maxwell-Bolzmann. Infolge dieser Bewegung treten mehr Stoße auf und die mittlere freie Weglänge wird kleiner. *Maxwell* hat das Problem bereits 1860 behandelt und in der obigen Gl. 51 einen Faktor $\sqrt{2}$ im Nenner hinzugefügt:

$$\bar{l} = \frac{1}{\sqrt{2} \cdot \pi \cdot d^2 \cdot n} \quad (\text{alle Gasteilchen sind in Bewegung}) \quad (52)$$

In späteren Arbeiten wurde gezeigt, dass Maxwell bei der Mittelwertbildung einen ungewöhnlichen Ansatz gemacht hat und dass bei der üblicherweise verwendeten Mittelung man eine geringfügig kleinere (−4 %) mittlere freie Weglänge erhält. Dennoch wird in der Literatur fast nur Gl. 52 verwendet und so soll es auch hier gehandhabt werden.

Ersetzt man in obiger Gl. 52 die Teilchenanzahl n durch den Ausdruck $p / k T$ und bringt p auf die linke Seite, so erhält man:

$$\bar{l} \cdot p = \frac{k \cdot T}{\sqrt{2} \cdot \pi \cdot d^2} \quad (53)$$

Das Produkt aus mittlerer freier Weglänge und Druck hängt also für ein bestimmtes Gas (über den Durchmesser d seiner Teilchen) nur von der Temperatur ab.

Beispiel 6

Ein fiktives Luftteilchen hat bei der Temperatur von 20 °C einen Durchmesser $d = 0,37$ nm. Es ergibt sich für das Produkt $\bar{l} \cdot p$ folgender Wert:

$$\bar{l} \cdot p = \frac{1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 293 \text{ K}}{\sqrt{2} \cdot \pi \cdot (0,37 \cdot 10^{-9} \text{ m})^2} = 0,0066 \text{ m} \cdot \text{Pa} \quad (54)$$

Bei Atmosphärendruck 10^5 Pa beträgt die mittlere freie Weglänge lediglich $6,6 \cdot 10^{-8}$ m = 66 nm. Im Hochvakuum bei 10^{-4} Pa ist sie jedoch 66 m lang und damit größer als Wandabstände in üblichen Vakumanlagen.

Die mittlere freie Weglänge ist ein wichtiger Begriff, sowohl zur anschaulichen Beschreibung des Verhaltens eines Gases als auch zur quantitativen Berechnung makroskopischer Gaseigenschaften. Je größer ein Gasteilchen ist, desto häufiger kommt es zu Stößen, desto kleiner ist die freie Weglänge und desto schlechter sind seine Transporteigenschaften für Reibungskräfte (Viskosität) und Wärmeenergie (Wärmeleitfähigkeit).

Vergleicht man die im Rahmen der kinetischen Gastheorie berechneten Transporteigenschaften mit den experimentellen Werten bei verschiedenen Temperaturen, so scheinen die Gasteilchen mit abnehmender Temperatur größer zu werden. Eine empirische Beschreibung dieses Verhaltens wurde 1894 von *Sutherland* gegeben, indem er für den Durchmesser d eines Gasteilchens als Funktion der Temperatur T ansetzt:

$$d(T) = d_\infty \cdot \sqrt{1 + T_D/T} \quad (55)$$

Dabei ist d_∞ der Teilchendurchmesser (Tab. 9) bei sehr hoher Temperatur und T_D ist die sogenannte Verdopplungstemperatur, auch *Sutherland-Konstante* genannt. Die Verdopplungstemperatur ist die Temperatur, bei der die wirksame Teilchenfläche gerade doppelt so groß wie bei sehr hoher Temperatur ist.

Beispiel 7

Die Sutherland-Konstante von Luft ist etwa 102 K (Tab. 9). Folglich hat ein Luftteilchen bei 20 °C einen Durchmesser, der um einen Faktor $\sqrt{1 + 102 \text{ K}/293 \text{ K}} = 1,16$ größer ist als der bei sehr hoher Temperatur.

Der Ansatz von Sutherland beschreibt – wie man heute weiß – die Tatsache, dass sich reale Gasteilchen infolge elektrostatischer Polarisation bei Annäherung gegenseitig anziehen. Mit abnehmender Temperatur nimmt die Teilchengeschwindigkeit ab, die gegenseitige Anziehung beeinflusst in zunehmendem Maße die Teilchenbahnen und damit werden die Teilchen zunehmend scheinbar größer.

Als *mittlere Zeit τ zwischen einzelnen Stößen* eines Gasteilchens wird meist das Verhältnis aus mittlerer freier Weglänge und mittlerer Teilchengeschwindigkeit angegeben:

$$\tau = \frac{\bar{l}}{\bar{c}} \quad (56)$$

Beispiel 8

Für Luft bei Umgebungsbedingungen ist $\bar{l} = 6,6 \cdot 10^{-8}$ m und $\bar{c} = 463$ m/s, so dass die mittlere Zeit zwischen zwei Stößen nur $1,4 \cdot 10^{-10}$ s lang ist.

Tab. 9 Stoßradien $R = 2r = d$, Verdoppelungstemperatur T_d (Gl. 52) und mittlere freie Weglänge \bar{l} einiger wichtiger Gase ($\bar{l}p$ -Wert). R ist aus bei $T = 273,15 \text{ K}$ gemessenen Werten der dynamischen Viskosität η nach Gl. 13 (► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“) berechnet. Die Sutherlandkorrektur mit einer „konstanten Verdoppelungstemperatur T_d “ ist sehr unsicher. In Klammern ist das Temperaturintervall angegeben, in dem die T_d -Werte aus den Messungen berechnet sind. R_∞ ist aus R_T -Werten, die aus η_T -Werten berechnet sind, extrapoliert. Die $\bar{l}p$ -Werte sind wegen der Unsicherheiten nur auf eine Nachkommastelle angegeben, sie gelten im Rahmen ihrer Genauigkeit auch für $T = 293,15 \text{ K}$ ($\vartheta = 20^\circ \text{ C}$).

Gas	$\frac{R_\infty \cdot 10^{10}}{\text{m}}$	$\frac{R_T \cdot 10^{10}}{\text{m}}$	$\frac{T_d}{\text{K}}$	$\frac{\bar{l}p}{\text{m-Torr}}$	$\frac{\bar{l}p}{\text{m-mbar}}$
	$T = 273,15 \text{ K}$ aus η_{273}			bei $T = 273,15 \text{ K}^a$	
H ₂	2,2–2,4	2,72	75–235	$8,6 \cdot 10^{-5}$	$11,5 \cdot 10^{-5}$
		(90–1000)			
N ₂	3,2	3,78	98–107	$4,4 \cdot 10^{-5}$	$5,9 \cdot 10^{-5}$
		(90–1000)			
O ₂		3,62		$4,9 \cdot 10^{-5}$	$6,5 \cdot 10^{-5}$
He	1,82–1,94	2,18	22–175	$13,1 \cdot 10^{-5}$	$17,5 \cdot 10^{-5}$
		(20–1000)			
Ne		2,56		$9,5 \cdot 10^{-5}$	$12,7 \cdot 10^{-5}$
Ar	2,86–2,99	3,66	132–144	$4,8 \cdot 10^{-5}$	$6,4 \cdot 10^{-5}$
		(90–1000)			
Luft ^b			≈102	$5 \cdot 10^{-5}$	$6,7 \cdot 10^{-5}$
Kr		4,14		$3,7 \cdot 10^{-5}$	$4,9 \cdot 10^{-5}$
Xe		4,88		$2,7 \cdot 10^{-5}$	$3,6 \cdot 10^{-5}$
Hg				$2,3 \cdot 10^{-5}$	$3,1 \cdot 10^{-5}$
H ₂ O		4,14		$5,1 \cdot 10^{-5}$	$6,8 \cdot 10^{-5}$
CO		3,77		$4,5 \cdot 10^{-5}$	$6,0 \cdot 10^{-5}$
CO ₂		4,62		$3,0 \cdot 10^{-5}$	$4,0 \cdot 10^{-5}$
HCl		4,51		$3,3 \cdot 10^{-5}$	$4,4 \cdot 10^{-5}$
NH ₃		4,47		$3,2 \cdot 10^{-5}$	$4,3 \cdot 10^{-5}$
Cl ₂		5,52		$2,1 \cdot 10^{-5}$	$2,8 \cdot 10^{-5}$

^aEs ist $\frac{(\bar{l}p)_T}{(\bar{l}p)_{273K}} = \left(\frac{T}{273K} \right)^2 \frac{273 \text{ K} + T_d}{T + T_d}$

^bGemessen bei 20° C

Für die *Volumenstoßrate* χ , also die zeitliche gemittelte Anzahl der Stöße von zwei Gasteilchen in einem Volumen pro Zeit und Volumen, wird folgende Formel angegeben:

$$\chi = \frac{n}{2 \cdot \tau} = \frac{n \cdot \bar{c}}{2 \cdot \bar{l}} = \frac{\pi}{\sqrt{2}} \cdot \bar{c} \cdot d^2 \cdot n^2 = \frac{\pi}{\sqrt{2}} \cdot \bar{c} \cdot d^2 \cdot \left(\frac{p}{k \cdot T} \right)^2 \quad (57)$$

Der Faktor „1/2“ in dieser Gleichung röhrt daher, dass bei einem Teilchen-Teilchen-Stoß jeweils zwei Teilchen beteiligt sind.

Beispiel 9

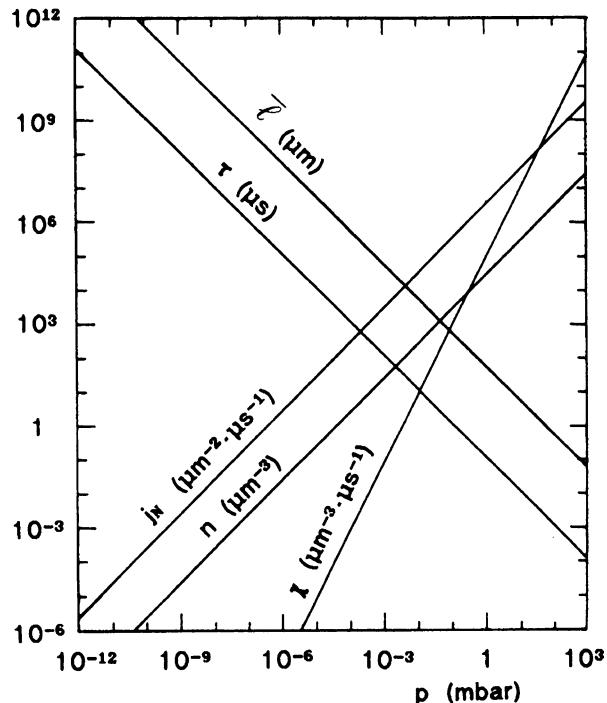
Für Luft bei Umgebungsbedingungen ergibt sich für die Volumenstoßrate:

$$\begin{aligned}\chi &= \frac{\pi}{\sqrt{2}} \cdot 463 \frac{\text{m}}{\text{s}} \cdot (3,7 \cdot 10^{-10} \text{ m})^2 \cdot \left(\frac{10^5 \text{ Pa}}{1,38} \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 293 \text{ K} \right)^2 \\ &= 8,6 \cdot 10^{34} \frac{1}{\text{m}^3 \cdot \text{s}}\end{aligned}\quad (58)$$

Die Größen „Zeit zwischen zwei Stößen“ und „Volumenstoßrate“ haben anschauliche Bedeutung, werden aber für die genaue quantitative Berechnung beobachtbarer Größen nicht benötigt. Aus diesem Grund spielt es hier keine Rolle, ob die angegebenen Definitionen tatsächlich die statistisch korrekten Mittelwerte darstellen. Abb. 10 zeigt verschiedene gaskinetische Größen für Luft als Funktion des Drucks.

Tab. 10 fasst alle in diesem Kapitel hergeleiteten und für das ganze Handbuch Vakuumtechnik wichtigen Gleichungen zusammen. Zahlenwerte sind für Luft angegeben.

Abb. 10 Gaskinetisches Diagramm für Luft bei 20 °C:
Druckabhängigkeit von
mittlerer freier Weglänge \bar{l} ,
mittlerer Zeit τ zwischen zwei
Stößen, Flächenstoßrate j_N ,
Teilchenanzahldichte n und
Volumenstoßrate χ



Tab. 10 Wichtige Gleichungen zur Physik der (idealen) Gase. Es bedeuten: R allgemeine (molare) Gaskonstante, T Thermodynamische Temperatur, M_{molar} Molare Masse, M_r relative Atom- bzw. Molekülmasse, p Druck, V Volumen, v Stoffmenge, n Teilchenanzahl, k Boltzmann-Konstante, m_a Teilchenmasse, N_A Avogadro-Konstante, \bar{l} mittlere freie Weglänge. In die Zahlenwertgleichungen (ZWG) sind einzusetzen: T in K, M_r : reine Zahl, p in hPa, V in L, v in mol, n in cm^{-3} , $\bar{l} \cdot p$ in $\text{cm} \cdot \text{hPa}$

Größe	Gleichung	Größengleichung	Zahlenwertgleichung ZWG	ZWG für Luft ($M_r = 28,96$) und $\vartheta = 20^\circ\text{C}$
Wahrscheinlichste Teilchengeschwindigkeit c_w	Gl. 42	$c_w = \sqrt{\frac{2 \cdot RT}{M_{\text{molar}}}}$	$c_w = 129 \sqrt{\frac{T}{M_r}} \text{ m s}^{-1}$	$c_w = 410 \text{ m s}^{-1}$
Mittlere Teilchengeschwindigkeit c	Gl. 43	$\bar{c} = \sqrt{\frac{8RT}{\pi M_{\text{molar}}}}$	$\bar{c} = 146 \sqrt{\frac{T}{M_r}} \text{ ms}^{-1}$	$\bar{c} = 463 \text{ ms}^{-1}$
Mittleres Geschwindigkeitsquadrat c^2	Gl. 44	$c^2 = \frac{3RT}{M_{\text{molar}}}$	$c^2 = 24\,000 \frac{T}{M_r} \text{ m}^2 \text{s}^{-2}$	$c^2 = 25,2 \cdot 10^4 \text{ m}^2 \text{s}^{-2}$
Effektivgeschwindigkeit c_{eff}	Gl. 44	$c_{\text{eff}} = \sqrt{c^2} = \sqrt{\frac{3RT}{M_{\text{molar}}}}$	$c_{\text{eff}} = 158 \sqrt{\frac{T}{M_r}} \text{ ms}^{-1}$	$c_{\text{eff}} = 502 \text{ ms}^{-1}$
Zustandsgleichung der idealen Gase, Gasdruck p	Gl. 20	$p \cdot V = \nu R T$	$p \cdot V = 83,14 \nu T \text{ mbar L}$	$p \cdot V = 2,44 \cdot 10^4 \nu \text{ mbar L}^a$
	Gl. 19	$p = n k T$	$p = 1,38 \cdot 10^{-19} n \cdot T \text{ mbar} -$	$p = 4,04 \cdot 10^{-17} n \text{ mbar}^a$
	Gl. 34	$p = \frac{1}{3} n m_a c^2 = \frac{1}{3} \rho c^2 -$	$-$	$-$
Teilchenanzahl n	Gl. 19	$n = p/k T$	$n = 7,25 \cdot 10^{13} \frac{p}{T} \text{ cm}^{-3}$	$n = 2,5 \cdot 10^{16} \cdot p \text{ cm}^{-3a}$
Flächenstoßrate	Gl. 46	$j_N = \sqrt{\frac{N_A^2}{2\pi RT M_{\text{molar}}}} \cdot p$	$j_N = 2,63 \cdot 10^{22} \frac{p}{\sqrt{M_r T}} \text{ cm}^{-2} \text{s}^{-1}$	$j_N = 2,85 \cdot 10^{20} \cdot p \text{ cm}^{-2}$
Teilchenwandstromdichte j_N				s^{-1}
Flächenbezogener Massenstrom q_m , $_A = \text{Massenstromdichte } j_m$		$q_{m,A} \equiv j_m = j_N \cdot m_a$ $= \sqrt{\frac{M_{\text{molar}}}{2\pi RT}}$	$q_{m,A} \equiv j_m = 4,38 \cdot 10^{-2} \sqrt{\frac{M_r}{T}} \cdot pg \text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$	$q_m = 1,38 \cdot 10^{-2} \cdot p$ $_A \equiv j_m = 1,38 \cdot 10^{-2} \cdot p$ $g \text{ cm}^{-2} \text{s}^{-1}$
Volumenstromrate χ	Gl. 57	$\chi = \frac{1}{2} \cdot n \bar{c} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{8N_A^2}{\pi M_r T}} \cdot p^2$	$\chi = 5,27 \cdot 10^{22} \frac{1}{T} \frac{1}{p} \cdot \frac{p^2}{\sqrt{M_r T}} \text{ cm}^{-3} \text{s}^{-1}$	$\chi = 8,6 \cdot 10^{22} p^2 \text{ cm}^{-3}$ s^{-1}

a Gilt für alle (idealen) Gase

Literatur

1. Preston-Thomas, H.: The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90). *Metrologia* **27**, 3–10 (1990)
2. Engert, J., Fellmuth, B., Jousten, K.: A new ${}^3\text{He}$ vapour-pressure based temperature scale from 0,65 K to 3,2 K consistent with the PLTS-2000. *Metrologia* **44**, 40–52 (2007)
3. Park, S.Y., et al.: A redetermination of the argon content of air for buoyancy corrections in mass standard comparisons. *Metrologia* **41**, 387–395 (2004)
4. Davis, R.S.: Equation for the determination of the density of moist air (1981/91). *Metrologia* **29**, 67–70 (1992)
5. Chapman, S., Cowling, T.G.: The Mathematical Theory of Non-Uniform Gases, 3. Aufl. University Press, Cambridge (1970)



Transporteigenschaften von Gasen

4

Karl Jousten

Zusammenfassung

Die Transporteigenschaften von Gasen hängen vom Verhältnis der mittleren freien Weglänge zu dem kleinsten Abstand der Wandbegrenzungen ab. In empirischer Weise werden in diesem Kapitel die grundlegenden Konzepte für den Transport von Reibungskräften und von Wärme in Gasen entwickelt. Während diese Transportarten durch äußere Einflüsse verursacht werden und eine kollektive Bewegung beschreiben, beruht die Diffusion auf einer Vielzahl von ungerichteten Bewegungen von Einzelteilchen.

1 Druckabhängigkeit

Unter dem Begriff „Transporteigenschaften eines Gases“ werden folgende makroskopische Eigenschaften zusammengefasst:

- Übertragung von Reibungskräften durch das Gas (Viskosität)
- Übertragung von Wärmeenergie durch das Gas (Wärmeleitung)
- Beeinflussung der Bewegung von bestimmten einzelnen Teilchens durch das Gas (Diffusion)

Zur Darstellung von Viskosität und Wärmeleitung betrachtet man in der Regel die Transportvorgänge zwischen zwei Platten im Abstand x .

Die Transporteigenschaften eines Gases werden entscheidend von der sogenannten Knudsenzahl bestimmt, das ist das Verhältnis der mittleren freien Weglänge \bar{l} zum

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

Plattenabstand x . Die Knudsenzahl wird allgemeiner im ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“ behandelt. Sie hängt über die mittlere freie Weglänge vom Druck ab. Ist das Verhältnis \bar{l}/x (die Knudsenzahl) sehr groß gegen 1, so befindet man sich im sogenannten *molekularen* Bereich. In diesem fliegen die Gasteilchen nahezu frei von einer Platte zur anderen. Mit zunehmendem Druck bzw. zunehmender Teilchenanzahl dichte stehen immer mehr Teilchen für den Transport zur Verfügung, so dass das Transportvermögen linear mit dem Druck zunimmt. Viskosität und Wärmeleitung sind im molekularen Bereich proportional zum Druck.

Ist das Verhältnis \bar{l}/x sehr klein gegen 1, so befindet man sich im sogenannten *viskosen* Bereich. Ein einzelnes Gasteilchen legt nur einen kleinen Bruchteil des Weges von einer Platte zur anderen zurück, bis es zu einem Stoß kommt. Beim Stoß wird nur ein Teil der transportierten Größe (Impuls bzw. Energie) in Vorwärtsrichtung weitergegeben, während der übrige Teil in Rückwärtsrichtung geht. Damit behindern die Stöße den Transportvorgang von einer Platte zur anderen. Mit zunehmendem Druck nimmt zwar die Anzahl der Teilchen zu, die für den Transport zur Verfügung stehen, gleichzeitig nimmt aber die mittlere freie Weglänge ab und es kommt zu mehr Stößen und zu größerer Behinderung der Bewegung einzelner Teilchen. Im Ergebnis führt das dazu, dass die Transporteigenschaften eines Gases (Viskosität, Wärmeleitung) im viskosen Bereich unabhängig vom Druck sind.

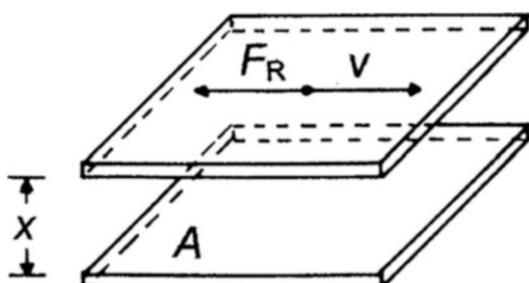
2 Transport von Reibungskräften in Gasen und Viskosität

Zur Erklärung der Reibung betrachtet man zwei ebene parallele Platten der Fläche A im Abstand x , von denen die untere in Ruhe ist und die obere mit der Geschwindigkeit v bewegt wird (Abb. 1). Aufgrund der inneren Reibung im Fluid zwischen den Platten entstehen durch die Bewegung Reibungskräfte entgegen der Bewegungsrichtung.

Experimentelle Untersuchungen zeigen, dass in vielen Fällen die Reibungskraft proportional zur Flächengröße A und zur Geschwindigkeit v ist.

Zunächst betrachten wir den *Fall kleiner Drücke* (molekularer Bereich), bei denen die Gasteilchen (fast) ohne gegenseitige Stöße zwischen den Platten hin- und herfliegen. Die Anzahl der pro Zeit auf die obere Platte auftreffenden Gasteilchen ergibt sich durch Multiplikation der Flächenstoßrate j_N (Gl. 45 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) und der Flächengröße A zu

Abb. 1 Reibungskraft zwischen zwei bewegten Platten



$$\frac{dN}{dt} = \frac{1}{4} \cdot \frac{p \cdot \bar{c}}{k \cdot T} \cdot A \quad (1)$$

Wir machen nun vorübergehend die vereinfachende Annahme, dass die auf die bewegte Platte auftreffenden Teilchen im Mittel keine Geschwindigkeitskomponente in der Bewegungsrichtung der Platte haben. Bei der Reflexion an der Platte nehmen die Teilchen im Mittel einen Teil der Plattengeschwindigkeit an. Man beschreibt diesen Teil durch den sogenannten *tangentialen Impuls-Akkommodationsfaktor*:

$$\begin{aligned} & \text{tangentialer Impuls-Akkommodationsfaktor } \sigma_t \\ &= \frac{\text{mittlere Tangentialgeschwindigkeit der reflektierten Teilchen}}{\text{Bewegungsgeschwindigkeit der Platte}} \quad (2) \end{aligned}$$

Da die bewegte Platte den Gasteilchen eine Tangentialgeschwindigkeit erteilt, entsteht als Rückreaktion eine Bremskraft auf die Platte, also die Reibungskraft. Diese Kraft errechnet sich aus der Anzahl der pro Zeit auftreffenden Teilchen (Gl. 1) und der mittleren Impulsänderung eines Teilchens zu:

$$F_R = \frac{1}{4} \cdot \frac{p \cdot \bar{c}}{k \cdot T} \cdot A \cdot \sigma_t \cdot m_T \cdot v \quad \text{im molekularen Bereich} \quad (3)$$

In dieser Gleichung kann die Teilchenmasse m_T mittels Gl. 43 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ eliminiert werden:

$$F_R^{\text{mol}} = \frac{2}{\pi} p A \sigma_t \frac{v}{\bar{c}} \quad (4)$$

Der obere Index „mol“ charakterisiert den Bereich der Molekularströmung. Tatsächlich muss die Impuls-Akkommodation der Gasteilchen an beiden Platten berücksichtigt werden. Nach Verlassen der oberen Platte haben die Gasteilchen im Mittel eine tangentiale Geschwindigkeitskomponente, die dann bei Reflexion an der unteren Platte kleiner wird (aber nicht Null), so dass sie dann die obere Platte bereits im Mittel mit einer tangentialen Geschwindigkeit erreichen. Bezeichnet man mit σ_{t1} und σ_{t2} die Impuls-Akkommodationsfaktoren an den Platten 1 und 2, so ergibt eine Durchrechnung für den insgesamt wirksamen, in Gl. 3 und 4 einzusetzenden Impuls-Akkommodationsfaktor σ_t :

$$\sigma_t = \frac{\sigma_{t1} \cdot \sigma_{t2}}{\sigma_{t1} + \sigma_{t2} - \sigma_{t1} \cdot \sigma_{t2}} \quad (5)$$

Im Fall gleicher Impuls-Akkommodationsfaktoren an beiden Platten ($\sigma_{t2} = \sigma_{t1}$) ergibt sich:

$$\sigma_t = \frac{\sigma_{t1}}{2 - \sigma_{t1}} \quad (6)$$

Wir kommen nun zum *Fall großer Drücke* (viskoser Bereich), d. h., die mittlere freie Weglänge ist klein gegenüber dem Plattenabstand ($\bar{l} \ll x$). In diesem Fall spielt das Akkommodationsverhalten des Gases an den Platten nur noch eine Rolle in unmittelbarer Nähe der Platten: genauer in einer Grenzschicht mit der Dicke einiger freien Weglängen. Für die Berechnung der Reibungskraft ist diese kleine Grenzschicht vernachlässigbar, so dass man hier näherungsweise von vollständiger Akkommodation ausgehen kann.

Die Berechnung der Reibungskraft in der kinetischen Gastheorie muss die Impulsübertragung von Gasteilchen zu Gasteilchen bei den Stößen erfassen und hierüber mitteln, was mühsam und kompliziert ist (siehe ► Abschn. 4 im Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“). Für das Verständnis des Prozesses genügt eine anschauliche Behandlung mit Vereinfachungen. Hierzu kann man gedanklich den Zwischenraum (Dicke x) zwischen den Platten unterteilen, indem man gedachte Platten zwischen den Platten einfügt und so einzelne Schichten erhält (Abb. 2).

Innerhalb einer Schicht soll es kaum zu gegenseitigen Stößen der Gasteilchen kommen. Wir nehmen an, dass der Abstand der gedachten Platten, also die Schichtdicke, gerade gleich dem Doppelten der mittleren freien Weglänge ist. Der Faktor 2 erscheint hier willkürlich, wird jedoch so gewählt, um später das exakte Ergebnis für die Viskosität zu erhalten.

Bei einer Schichtdicke von $2\bar{l}$ gibt es $x/(2\bar{l})$ Schichten zwischen den Platten. Die Geschwindigkeiten der oberen und unteren Ebene einer Schicht unterscheiden sich um $v2\bar{l}/x$. Die Reibungskraft an den äußeren Platten ist gleich der Reibungskraft an den gedachten inneren Platten. Letztere kann aus Gl. 4 erhalten werden, indem man σ_t gleich 1 setzt und v durch $v2\bar{l}/x$ ersetzt. Damit ergibt sich

$$F_R^{\text{visk}} = \frac{2}{\pi} p A \frac{v2\bar{l}}{cx} = \frac{4}{\pi} A \frac{p\bar{l}}{c} \frac{v}{x} \quad (7)$$

Im hier angenommenen Fall laminarer Strömung ist die Reibungskraft proportional zur Flächengröße A und zur Geschwindigkeit v und umgekehrt proportional zum Plattenabstand x . Man macht daher den Newton'schen Ansatz der Mechanik für die Reibungskraft

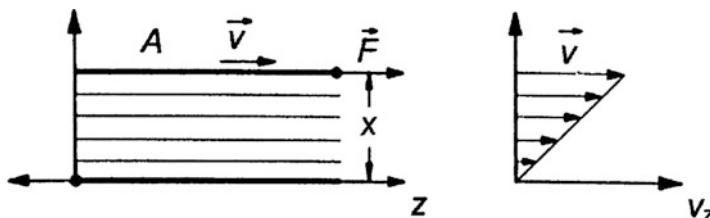


Abb. 2 Geschwindigkeitsprofil der Schichten zwischen zwei bewegten Platten

$$F_R^{\text{visk}} = \eta A \frac{v}{x} \quad (8)$$

Dieser Ansatz definiert die dynamische Viskosität η des zwischen den Platten befindlichen Fluids. Durch Vergleich von Gl. 7 mit Gl. 8 erhält man für die Viskosität:

$$\eta = \frac{4}{\pi} \frac{p\bar{l}}{\bar{c}} \quad (9)$$

Da $p\bar{l}$ nicht vom Druck abhängt, ist auch η druckunabhängig. Unter Benutzung von Gl. 3.43 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ kann p eliminiert werden:

$$\eta = \frac{1}{2} \rho \bar{c} \bar{l} \quad (10)$$

In dieser Gleichung steht ein Vorfaktor 1/2. Bereits 1860 stellte Maxwell qualitative Überlegungen zur Viskosität an und erhielt eine Gleichung wie Gl. 10, jedoch mit Vorfaktor 1/3. Die von Maxwell abgeleitete unrichtige Formel findet sich leider noch heute in einer Reihe von Lehrbüchern.

Eine korrekte Berechnung der Viskosität eines Gases aus den Teilchen-Teilchen-Stößen ist mit erheblichen Aufwand mathematisch möglich. Eine analytische Berechnung von Chapman im Jahr 1915 im Harte-Kugel-Modell der Gasteilchen ergab erwartungsgemäß wieder eine Formel der Form Gl. 10, jedoch mit Vorfaktor 0,491 in erster Näherung und mit Vorfaktor 0,499 in zweiter Näherung. Spätere statistische Berechnungen haben dieses Ergebnis bestätigt. Bedenkt man, dass reale Gasteilchen ohnehin nur näherungsweise harte Kugeln sind, so kann man für den Vorfaktor 0,499 auch 1/2 schreiben und man erhält so die Formel Gl. 10, die durch die Wahl der Schichtdicke abgeleitet wurde.

Die Viskosität eines Gases im viskosen Bereich kann experimentell gemessen werden (z. B. über die Reibungskraft auf bewegte Flächen oder die laminare Strömung durch ein Rohr). Da sich die Dichte ρ des Gases und die mittlere Teilchengeschwindigkeit \bar{c} zuverlässig berechnen lassen, bietet Gl. 10 eine Bestimmungsmöglichkeit der experimentell nicht direkt zugänglichen mittleren freien Weglänge

$$\bar{l} = \frac{2 \cdot \eta}{\rho \cdot \bar{c}} \quad (11)$$

des Produkts aus mittlerer freier Weglänge und Druck

$$\bar{l} \cdot p = \frac{\pi}{4} \cdot \bar{c} \cdot \eta \quad (12)$$

sowie des Teilchendurchmessers (umgestellte Gl. 53 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“)

$$d = \frac{2}{\pi} \cdot \sqrt{\frac{1}{\sqrt{2}} \cdot \frac{k \cdot T}{c \cdot \eta}} \quad (13)$$

Beispiel 1

Luft bei 20 °C hat eine Viskosität von $18,2 \cdot 10^{-6}$ Pa · s. Hiermit errechnet sich:

$$\bar{l} \cdot p = \frac{\pi}{4} \cdot 463 \frac{\text{m}}{\text{s}} \cdot 18,2 \cdot 10^{-6} \text{Pa} \cdot \text{s} = 6,6 \cdot 10^{-3} \text{m} \cdot \text{Pa} \quad (14)$$

$$d = \frac{2}{\pi} \cdot \sqrt{\frac{1}{\sqrt{2}} \cdot \frac{1,38 \cdot 10^{-23} \text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 293 \text{K}}{463 \text{m} \cdot \text{s}^{-1} \cdot 18,2 \cdot 10^{-6} \text{Pa} \cdot \text{s}}} = 3,7 \cdot 10^{-10} \text{m} \quad (15)$$

In einigen Anwendungen benötigt man die Reibungskraft über den gesamten Druckbereich. Eine einfache Formel hierfür, die die Grenzfälle kleinen Drucks (Gl. 4) und großen Drucks (Gl. 7) in guter Näherung wiedergibt, ist die folgende:

$$\frac{1}{F_R} = \frac{1}{F_R^{\text{mol}}} + \frac{1}{F_R^{\text{visk}}} \quad (16)$$

und ausgerechnet

$$F_R = \frac{pAv}{\frac{\pi}{2} \frac{c}{\sigma_t} + \frac{x}{\eta} p} \quad (17)$$

Der Übergangsbereich wird in ► Abschn. 4 in Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“ genauer behandelt. Abb. 3 zeigt die Viskosität einiger Gase als Funktion der Temperatur.

3 Wärmetransport in Gasen und Wärmeleitfähigkeit

Wir betrachten zwei ebene parallele Platten der Fläche A im Abstand x , die unterschiedliche Temperaturen T_1 und T_2 haben (Abb. 4).

Befindet sich Materie zwischen den Platten, so findet ein Wärmetransport von der wärmeren zur kälteren Platte statt. Der Transport von Wärme durch ein Gas ist sehr ähnlich zum Reibverhalten. Makroskopisch wird beim Wärmetransport Wärmeenergie übertragen und bei der Reibung eine Kraft. Mikroskopisch nehmen die Gasteilchen beim Wärmetransport an der wärmeren Platte Energie auf und geben diese an der kalten Platte wieder ab; beim Krafttransport nehmen sie an der schnellen Platte Impuls auf und geben diesen an der langsamen Platte wieder ab. Die Berechnung der

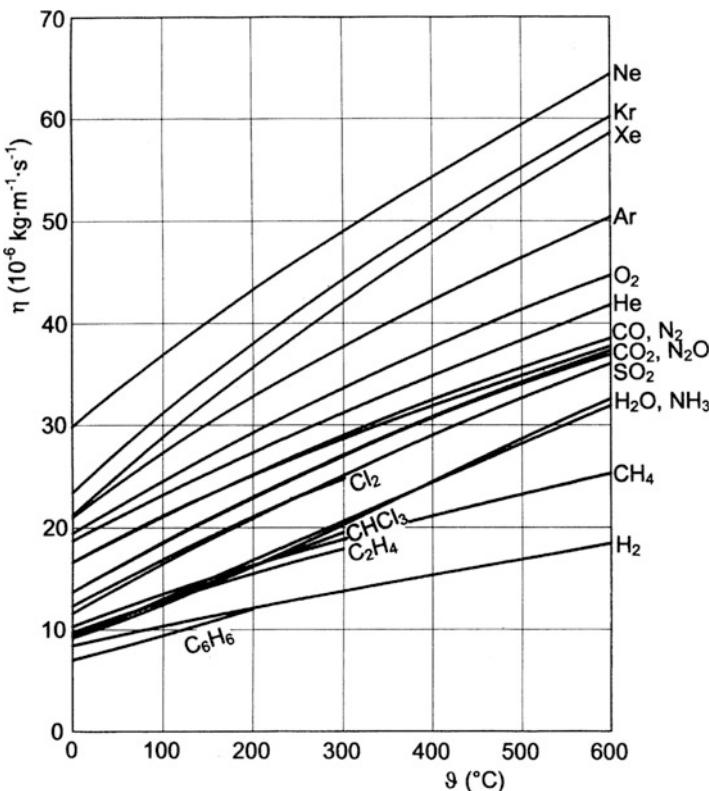


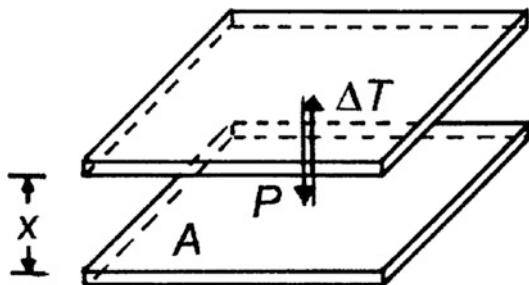
Abb. 3 Viskosität verschiedener Gase im viskosen Bereich als Funktion der Temperatur

Wärmeleitung eines Gases in der kinetischen Gastheorie ist analog zur Berechnung der Viskosität im vorigen Abschnitt und kann daher in gekürzter Form erfolgen.

Der Wärmefluß wird davon abhängen, wie viel Wärmeenergie ein einzelnes Gasteilchen aufnehmen und transportieren kann. Die Wärmeenergie eines Teilchens steckt in seiner Bahnbewegung (translatorische Energie), bei Molekülen zusätzlich auch in internen Bewegungen (Vibration und Rotation). Man beschreibt das durch den Freiheitsgrad f des Teilchens.

Der Freiheitsgrad von *Atomen* (Edelgase, Metalldämpfe) hat den Wert $f = 3$, da translatorische Bewegungen in den 3 Raumrichtungen möglich sind. Der Freiheitsgrad von *diatomaren Molekülen* bei Zimmertemperatur (z. B. Luft) hat den Wert $f = 5$, weil 3 translatorische Bewegungen (wie bei Atomen) und zusätzlich 2 Rotationen des Moleküls möglich sind. Zwar können Rotationen um alle 3 Achsen (x, y, z) auftreten, jedoch beinhaltet die Rotation eines diatomaren Moleküls um die Kernverbindungsachse (fast) keine Energie, da die Teilchenmasse fast ausschließlich in dem sehr kleinen Kern steckt und somit das Massenträgheitsmoment bei Rotation um die Kernverbindungsachse sehr klein ist.

Abb. 4 Wärmeübertragung zwischen zwei Platten mit unterschiedlicher Temperatur



Weitere Freiheitsgrade ergeben sich aus der Vibrationsbewegung der einzelnen Atome eines Moleküls. Diese Bewegung ist im Fall von Luft bei Zimmertemperatur kaum angeregt, da die hierfür quantenmechanisch erforderliche Energieschwelle höher als die thermische Energie ist. Im Fall von vielatomaren Kohlenwasserstoff-Molekülen mit lockerer C–H-Bindung können bereits bei Zimmertemperatur zahlreiche Vibrationen angeregt sein und entsprechend groß ist der resultierende Freiheitsgrad. Mit zunehmender Temperatur nimmt die thermische Energie zu und es werden mehr Bewegungszustände angeregt. Daher steigen Freiheitsgrad und Wärmekapazität mit der Temperatur an.

Die *Wärmekapazität* C_V eines einzelnen Gasteilchens, das sich in einem Behälter mit konstantem Volumen befindet (gekennzeichnet durch den Index V), beträgt:

$$C_V = \frac{f}{2} \cdot k \quad (18)$$

Hieraus folgen für die Größen *spezifische* Wärmekapazität c_V (Verhältnis aus Wärmekapazität und Masse) und die *molare* Wärmekapazität c_{mV} (Verhältnis aus Wärmekapazität und Stoffmenge) eines Gases (Abb. 5):

$$c_V = \frac{f}{2} \cdot \frac{k}{m_T} \quad c_{mV} = \frac{f}{2} \cdot k \cdot N_A = \frac{f}{2} \cdot R \quad (19)$$

In Datenbüchern findet sich häufig die Wärmekapazität bei konstantem Druck (gekennzeichnet durch den Index p). Diese ist größer als die Wärmekapazität bei konstantem Volumen, da im Fall konstanten Drucks bei Erwärmung das Volumen zunimmt und somit zusätzlich Volumenänderungsarbeit aufgebracht wird. Für ein ideales Gas lassen sich die Wärmekapazitäten bei konstantem Druck bzw. bei konstantem Volumen ineinander umrechnen:

$$c_p = \frac{f+2}{2} \cdot \frac{k}{m_T} = c_V + \frac{k}{m_T} \quad c_{mp} = c_{mV} + R \quad (20)$$

Ferner ist eine Umrechnung mit Hilfe des Isentropenexponenten κ möglich:

$$\frac{c_p}{c_V} = \frac{c_{mp}}{c_{mV}} = \kappa \quad (21)$$

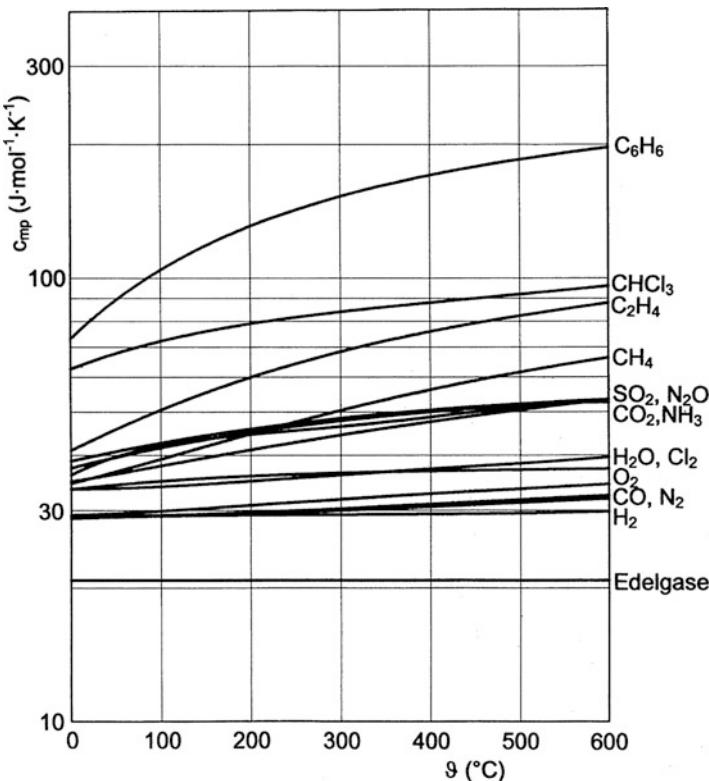


Abb. 5 Molare Wärmekapazität bei konstantem Druck im viskosen Bereich verschiedener Gase als Funktion der Temperatur

Bei der Berechnung der Wärmeleitfähigkeit eines Gases betrachten wir zunächst den Wärmetransport im *Fall kleiner Drücke* (molekularer Bereich). Die Anzahl pro Zeit der auf die obere Platte auftreffenden Gasteilchen ist gerade die Flächenstoßrate j_N (Gl. 45 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“).

Wir machen nun vorübergehend die vereinfachende Annahme, dass die mittlere Energie der auf die Platte 2 treffenden Teilchen im Mittel gerade der thermischen Energie der Temperatur T_1 der Platte 1 entspricht. Bei der Reflexion an der wärmeren Platte 2 nehmen die Teilchen einen Teil der höheren thermischen Energie an. Man beschreibt diesen Teil durch den sogenannten *Energie-Akkommodationsfaktor* a_E :

$$a_E = \frac{\text{wirklicher Wärmestrom}}{\text{theoretischer Wärmestrom bei vollständiger Akkommodation}} \quad (22)$$

Einige experimentelle Daten zum Energie-Akkommodationsfaktor sind in Tab. 1 zusammengestellt.

Tab. 1 Energie-Akkommodationsfaktor verschiedener Gase auf Platin-Oberflächen

Gasart		Saubere Oberfläche	Technische Oberfläche
Helium	He	0,03	0,38
Neon	Ne	0,07	0,74
Argon	Ar	0,55	0,86
Krypton	Kr		0,84
Xenon	Xe		0,86
Quecksilber	Hg	1,00	1,00
Wasserstoff	H ₂	0,15	0,29
Stickstoff	N ₂		0,77
Sauerstoff	O ₂	0,42	0,79
Kohlenmonoxid	CO		0,78
Kohlendioxid	CO ₂		0,77

Dadurch, dass die Gasteilchen im Mittel thermische Energie bei der Reflexion an Platte 2 zugeführt bekommen, wird diese abgekühlt. Die somit abgeführte Wärmeleistung P errechnet sich als Produkt von Flächenstoßrate j_N , Flächengröße A , Energie-Akkommodationsfaktor a_E , Wärmekapazität C_V (Gl. 18) eines einzelnen Teilchens und Temperaturdifferenz. Durch Einsetzen erhält man:

$$P^{\text{mol}} = j_N \cdot A \cdot a_E \cdot \frac{f}{2} \cdot k \cdot (T_2 - T_1) \quad (23)$$

Diese Gleichung ist nicht ganz korrekt, da bei der Herleitung über die statistische Geschwindigkeitsverteilung der Gasteilchen nicht richtig gemittelt wurde: Ein schnelleres Teilchen hat nicht nur eine höhere Energie, sondern fliegt auch schneller und transportiert deshalb diese Energie in kürzerer Zeit, also besser. Rechnet man diesen Effekt durch, so findet man, dass in Gl. 23 der Faktor f durch den Faktor $f + 1$ zu ersetzen ist:

$$P^{\text{mol}} = j_N \cdot A \cdot a_E \cdot \frac{f + 1}{2} \cdot k \cdot (T_2 - T_1) \quad (24)$$

In Datentabellen findet sich selten der Freiheitsgrad f eines Gases, öfters jedoch der Isentropenexponent κ . Unter Ausnutzung der Umrechnung

$$f = \frac{2}{\kappa - 1} \quad (25)$$

ergibt sich schließlich für die übertragene Wärmeleistung im molekularen Bereich:

$$P^{\text{mol}} = \frac{1}{8} p \bar{c} A a_E \frac{\kappa + 1}{\kappa - 1} \frac{T_2 - T_1}{T} \quad (26)$$

Die Energie-Akkommodation der Gasteilchen wurde bisher nur an der oberen Platte betrachtet. Tatsächlich muss sie an beiden Platten berücksichtigt werden. Bezeichnet man mit a_{E1} und a_{E2} die Energie-Akkommodationsfaktoren an den Platten 1 und

2, so ergibt eine Durchrechnung für den insgesamt wirksamen Energie-Akkommodationsfaktor a_E :

$$a_E = \frac{a_{E1} \cdot a_{E2}}{a_{E1} + a_{E2} - a_{E1} \cdot a_{E2}} \quad (27)$$

In dem Fall gleicher Energie-Akkommodationsfaktoren an beiden Platten ($a_{E2} = a_{E1}$) vereinfacht sich diese Gleichung zu:

$$a_E = \frac{a_{E1}}{2 - a_{E1}} \quad (28)$$

Wir kommen nun zu dem *Fall großer Drücke* (viskoser Bereich), d. h., die mittlere freie Weglänge ist klein gegenüber dem Plattenabstand ($\bar{l} \ll x$). In diesem Fall spielt das Akkommodationsverhalten des Gases an den Platten nur noch eine Rolle in unmittelbarer Nähe der Platten, genauer in einer Grenzschicht mit der Dicke einiger freier Weglängen. Für die Berechnung der transportierten Energie ist diese vernachlässigbar, so dass man näherungsweise von vollständiger Energie-Akkommodation ausgehen kann.

Die Berechnung des Wärmetransports im Modell der kinetischen Gastheorie muss die Energieübertragung von Gasteilchen zu Gasteilchen bei einzelnen Stößen erfassen und hierüber mitteln, was aufwändig ist. Für eine anschauliche qualitative Betrachtung kann man gedanklich den Zwischenraum (Dicke x) zwischen den beiden Platten unterteilen durch dünne Ebenen im Abstand der zweifachen mittleren freien Weglänge \bar{l} (Schichtmodell). Es gibt somit $x/(2\bar{l})$ Schichten der Dicke $2\bar{l}$ zwischen den Platten. Der Temperaturunterschied zwischen den beiden Platten einer Schicht beträgt gerade $(T_2 - T_1)2\bar{l}/x$. Da innerhalb einer Schicht noch näherungsweise molekulare Bedingungen herrschen, können wir die obige Gl. 26 benutzen, wobei wir die Akkommodation gleich 1 setzen und für die Temperaturdifferenz den Wert $(T_2 - T_1)2\bar{l}/x$ anstelle von $(T_2 - T_1)$ nehmen:

$$P^{\text{visk}} = \frac{1}{4} A p \bar{l} \bar{c} \frac{\kappa + 1}{\kappa - 1} \frac{1}{T} \frac{T_2 - T_1}{x} \quad \text{Näherung im Schichtmodell} \quad (29)$$

Experimentelle Untersuchungen zeigen, dass die transportierte Wärmeleistung proportional zur Flächengröße A und zur Temperaturdifferenz $(T_2 - T_1)$ und umgekehrt zum Plattenabstand ist. Man macht daher folgenden Ansatz:

$$P = \lambda A \frac{T_2 - T_1}{x} \quad (30)$$

Dieser Ansatz definiert die Wärmeleitfähigkeit λ , die eine Eigenschaft des zwischen den Platten befindlichen Fluids ist.

Ein Vergleich von Gl. 29 und 30 liefert für die Wärmeleitfähigkeit:

$$\lambda = \frac{1}{4} \frac{p \bar{l} \bar{c}}{T} \frac{\kappa + 1}{\kappa - 1} \quad \text{Näherung im Schichtmodell} \quad (31)$$

Unter Ausnutzung des Ausdrucks für die Viskosität η (Gl. 9), für die spezifische Wärmekapazität c_V (Gl. 19 und 25), und der Teilchengeschwindigkeit \bar{c} (Gl. 43 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) erhält man

$$\lambda = \frac{\kappa + 1}{2} \eta c_V \quad \text{Näherung im Schichtmodell} \quad (32)$$

Bei Edelgasen (Isentropenexponent $\kappa = 5/3$) hat der numerische Vorfaktor $(\kappa + 1)/2$ den Wert $4/3 = 1,33$. Maxwell hatte 1860 die Wärmeleitfähigkeit durch qualitative Überlegungen ermittelt und dabei ebenfalls eine Formel der Form von Gl. 32 erhalten, jedoch mit einem numerischen Vorfaktor 1 statt $4/3$. Eine korrekte Berechnung der makroskopischen Wärmeleitung eines Gases aus den mikroskopischen Teilchen-Teilchen-Stößen ist mit erheblichem Aufwand mathematisch möglich. Man erhält eine Formel der Form von Gl. 32 mit Vorfaktor $5/2$ für Edelgase. Diese Formel wurde von Eucken 1913 empirisch auf andere Gase erweitert:

$$\lambda = \frac{9\kappa - 5}{4} \eta c_V \quad \text{im viskosen Bereich} \quad (33)$$

Abb. 6 zeigt experimentelle Werte der Wärmeleitfähigkeit verschiedener Gase im viskosen Bereich.

Benötigt man den Wärmestrom über den gesamten Druckbereich, so kann man in grober Näherung eine Interpolation der Werte im molekularen Bereich (Gl. 26) und im viskosen Bereich (Gl. 29) vornehmen:

$$\frac{1}{P} = \frac{1}{P^{\text{mol}}} + \frac{1}{P^{\text{visk}}} \quad (34)$$

oder eingesetzt

$$P = \frac{pA(T_2 - T_1)}{8 \frac{\kappa - 1}{\kappa + 1} \frac{T}{\bar{c}a_E} + \frac{x}{\lambda} p} \quad (35)$$

Eine exakte Behandlung des Wärmestroms über den gesamten Druckbereich findet sich im ► Abschn. 4.3 in Kap. 9 „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“ für den Fall paralleler Platten und im Abschn. 4.4 im gleichen Kapitel für den Fall koaxialer Zylinder.

Die Wärmeleitfähigkeit λ eignet sich gut zur Beschreibung des stationären Wärmetransports. Bei dynamischen Prozessen, in denen sich die Temperatur zeitlich ändert, wird das Verhalten sowohl vom Wärmetransport (Wärmeleitfähigkeit) als auch von der Wärmespeicherfähigkeit geprägt. Die Wärmespeicherfähigkeit ist proportional zur Dichte und zur spezifischen Wärmekapazität. Eine günstige Größe bei der Beschreibung dieser Vorgänge ist die Temperaturleitfähigkeit a , die definiert ist als:

$$a = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p} \quad (36)$$

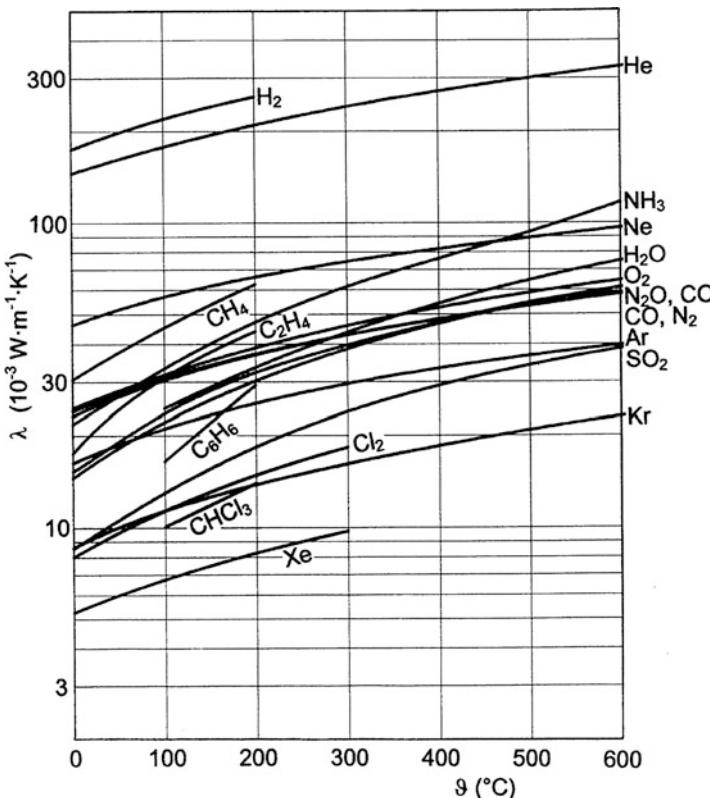


Abb. 6 Wärmeleitfähigkeit verschiedener Gase im viskosen Bereich als Funktion der Temperatur

Tab. 2 gibt Werte für c_p , c_V , λ , η und die spezifische Verdampfungswärme Λ für einige Gase der Vakuumtechnik an.

Beispiel 2

Das Vakuummessgerät nach Pirani basiert auf der Druckabhängigkeit der Wärmeleitung. Es sollen die Betriebsdaten eines typischen Geräts berechnet werden.

Typischerweise ist der Druckaufnehmer zylindersymmetrisch aufgebaut (siehe Abb. 26 und 27, ► Abschn. 5 in Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“). Auf der Achse befindet sich ein dünner Draht, der mittels direktem Stromdurchfluss erwärmt wird. Konzentrisch um den Draht befindet sich außen ein Rohr, das Umgebungstemperatur hat. Es fließt somit ein Wärimestrom vom Draht durch das umgebende Gas zum Rohr. Die transportierte Wärmeleistung lässt sich auf diese Zylindergeometrie unter Anwendung der obigen Formeln für planare Geometrie berechnen. Hierzu stellt man sich den Zwischenraum zwischen Draht und Rohr zusammengesetzt aus vielen ineinandergeschobenen Hohlzylindern endlicher Wanddicke vor, die insgesamt den Zwischenraum

Tab. 2 Verschiedene Eigenschaften von Gasen. ρ_n = Normdichte (bei $T_n = 273,15\text{ K}$ und $p_n = 1013,25\text{ mbar}$). $C_p, \text{ spez}$ bzw. $C_V, \text{ spez}$ = Spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck bzw. konstantem Volumen. λ = Wärmeleitfähigkeit, η = dynamische Viskosität, $\Lambda_v, \text{ spez}$ = Spezifische Verdampfungswärme (Verdampfungsenthalpie)

Nr. Gas bzw. Dampf bzw. Gemisch	Gas bzw. Dampf bzw. Formel	A_r^a M_r^a	bzw. m_a^a	10^{-27} kg	ρ_n $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$C_p,$ spez	$C_V,$ spez	$10^3 \cdot \lambda$	$10^{-6} \cdot \eta^g$	Normaler Siedepunkt $T_{\text{siede}}\text{ K}$	$\rho_{\text{flüss}}$ $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$\Lambda_v, \text{ spez}$ $\text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$	T_{schmelz} K
bei $\vartheta = 20^\circ\text{ C}, (p = 100\text{ kPa})$													
1 Wasserstoff	H ₂	2,016	3,348	0,0899	14,32	10,14	182,6	8,8	20,38	71	454	13,95	
2 Helium	He	4,003	6,647	0,1785	5,23	3,21	154	19,7	4,22	130	20,6	—	
3 Methan	CH ₄	16,043	26,64	0,7168	2,22	1,70	33,1	10,8	111,71	425	510	90,63	
4 Ammoniak	NH ₃	17,031	28,28	0,7714	2,16	1,66	22	9,8	239,75	682	1370	195,45	
5 Wasserdampf	H ₂ O	18,015	29,97	0,8042	1,94 ^b	—	—	9,7	373,15	958,35	2255,5	273,15	
6 Kohlenmonoxid	CO	28,011	46,51	1,250	1,04	0,74	24,5	17,6	81,68	792	216	68,08	
7 Stickstoff	N ₂	28,013	46,52	1,2505	1,04	0,74	25,5	17,5	77,35	808	198	63,15	
8 Luft	0,78 N ₂ ^c + 0,21 O ₂ ^d 0,01 Ar	28,96	48,09	1,2929	1,01	0,72	25,6	18,19	81,75	—	—	—	
9 Sauerstoff	O ₂	31,999	53,14	1,4290	0,92	0,66	26,1	20,2	90,18	1134	213	54,36	
10 Chlorwasserstoff	HCl	36,461	60,55	1,6392	0,80	0,56	13,6	14,2	188,15	1194	443	158,95	
11 Argon	Ar	39,948	66,34	1,784	0,52	0,32	17,3	22,11	87,29	1390	163	83,77	
12 Kohlendioxid	CO ₂	44,010	73,08	1,977	0,84	0,65	15,8	14,6	194,65 ^e	1560 ^e	136,8 ^f	216,58 ^d	
13 Chlor	Cl ₂	70,906	117,7	3,214	0,75	0,35	8,6	13,2	239,05	1564	290	172,15	
14 Difluordichlormethan	Cl ₂ F ₂ (R12)	20,914	200,8	5,510				13,2	248,25	1484	162	114,95	

¹ Mittlere relative Masse (Spalte 4) bzw. mittlere Masse (Spalte 5) des Atoms oder Moleküls des natürlichen Isotengemisches. Molare Masse $M_{\text{molar}} = A_r \text{ kg} \cdot \text{kmol}^{-1}$ bzw. $M_r \text{ kg} \cdot \text{kmol}^{-1}$ bei $\vartheta = 100^\circ\text{ C}$ und $p = 100\text{ kPa}$

^{c,d} Bei $T_{\text{siede}} = 194,65\text{ K}$ ist der Dampfdruck des festen Kohlendioxids gleich dem Normdruck $p_n = 101,325\text{ kPa}$. Erst oberhalb des Tripelpunkts $T_t = 216,58\text{ K}$, $p_t = 0,5\text{ MPa}$ existiert die flüssige Phase

^{e,f} Dichte des festen CO₂ bei T_{siede} und p_n
Sublimationswärmе

gEs gilt auch: $1\text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{s}^{-1} = 10^{-2}\text{ mbar} \cdot \text{s}$

ausfüllen. Die abgerollten Zylinderwände entsprechen den oben behandelten parallelen Platten.

Typischerweise ist der Drahtdurchmesser klein gegenüber dem Rohrdurchmesser. Die Gasteilchen machen daher sehr viele Stöße mit dem Rohr, aber nur wenige mit dem Draht. Infolge der vielen Rohrstöße spielt der Wert des Energieakkommodationskoeffizienten an der Rohrwand keine Rolle mehr, da die Teilchen nach einigen Stößen praktisch vollständig eine thermische Energie entsprechend der Rohrtemperatur angenommen haben. Dagegen ist die Energieakkommmodation am Draht wichtig.

Mit der Annahme, dass die Rohrlänge groß gegen den Durchmesser ist, und den Bezeichnungen r_1 und r_2 für die Radien von Draht und Rohr sowie T_1 und T_2 für die Temperaturen von Draht und Rohr errechnet man für die vom Gas transportierte Wärmeleistung aus (Gl. 26) und (Gl. 29) durch Integration:

$$P_{\text{mol}} = a_{\text{E1}} \cdot 2 \cdot \pi \cdot r \cdot l \cdot \frac{T_1 - T_2}{T_2} \cdot \frac{f + 1}{8} \cdot \bar{c} \cdot p \text{ im molekularen Bereich} \quad (37)$$

$$P_{\text{vis}} = \pi \cdot l \cdot [\lambda(T_1) + \lambda(T_2)] \cdot \frac{T_1 - T_2}{\ln(r_2/r_1)} \text{ im viskosen Bereich} \quad (38)$$

Zur Veranschaulichung sollen die Leistungen bei einem derartigen Vakuummessgerät numerisch berechnet werden. Der Draht habe einen Durchmesser $d = 10 \mu\text{m}$ und eine Länge von 5 cm, das Rohr einen Durchmesser von 16 mm. Die Temperaturen von Draht und Rohr seien 120°C bzw. 20°C . Das Gas sei Luft und der Akkommodationsfaktor 0,8. Damit ergibt sich:

$$\begin{aligned} P_{\text{mol}} &= 0,8 \cdot 2 \cdot \pi \cdot 5 \cdot 10^{-6} \text{ m} \cdot 0,05 \text{ m} \cdot \frac{393 \text{ K} - 293 \text{ K}}{293 \text{ K}} \cdot \frac{5 + 1}{8} \cdot 463 \frac{\text{m}}{\text{s}} \cdot 10 \text{ Pa} \\ &= 0,0015 \text{ W} \quad \text{bei } p = 10 \text{ Pa} \end{aligned} \quad (39)$$

$$\begin{aligned} P_{\text{vis}} &= \pi \cdot 0,05 \text{ m} \cdot \left[0,0322 \frac{\text{W}}{\text{m} \cdot \text{K}} + 0,0256 \frac{\text{W}}{\text{m} \cdot \text{K}} \right] \cdot \frac{393 \text{ K} - 293 \text{ K}}{\ln(0,008 \text{ m}/5 \cdot 10^{-6} \text{ m})} \\ &= 0,12 \text{ W} \quad \text{bei } p = 10^5 \text{ Pa} \end{aligned} \quad (40)$$

Die Wärmeableitung ist im viskosen Bereich größer als im molekularen Bereich, aber unabhängig vom Druck.

4 Diffusion

Mit Diffusion bezeichnet man die Bewegung von Teilchen in einem Medium. Öffnet man beispielsweise in einem Zimmer ein Parfümfläschchen, so kann man das Parfüm nach einiger Zeit auch an einer weit entfernten Stelle im Zimmer riechen.

Die Ausbreitung des Parfüms im Raum benötigt erhebliche Zeit, obwohl die einzelnen Moleküle sehr hohe Geschwindigkeiten haben. Grund für dieses Verhalten ist, dass die Parfümmoleküle nur eine kleine freie Weglänge in Luft haben (siehe ► Kap. 3, „[Gasgesetze und kinetische Gastheorie](#)“) und beim Stoß mit einem Luftmolekül sich ihre Richtung ändert. Somit ist die Bahn der Parfümmoleküle eine ziellose Zickzackbahn und die Entfernung eines Moleküls vom Ursprungsort erfolgt langsam.

Die Diffusion von einem Gas der Spezies 1 in einem Gas der Spezies 2 soll nun quantitativ beschrieben werden. Das Gas 2 soll ein Volumen homogen (konstante Teilchenanzahldichte) ausfüllen. Das Gas 1 wird an einer bestimmten Stelle hinzugegeben, womit es zunächst räumlich inhomogen verteilt ist. Infolge der Inhomogenität der Teilchenanzahldichte n_1 des hinzugegebenen Gases führt die kinetische Bewegung aller Gasteilchen dazu, dass sich netto ein Teilchenstrom einstellt, der entgegen dem Gradienten der Anzahldichte gerichtet ist. Der Einfachheit halber soll sich die Teilchenanzahldichte nur eindimensional in der Richtung z ändern. Nach dem *1. Fick'schen Gesetz* beträgt der flächenbezogene Teilchenstrom j_N der Teilchensorte 1:

$$j_{N1} = -D_{12} \cdot \frac{dn_1}{dz} \quad (41)$$

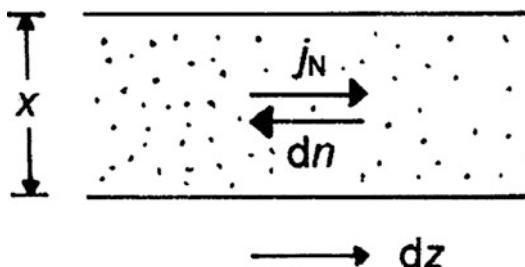
wobei diese Gleichung den Diffusionskoeffizienten D_{12} vom Gas 1 im Gas 2 definiert (Abb. 7).

Im *Fall kleiner Drücke* (im molekularen Bereich) sind die Teilchen-Teilchen-Stöße zu vernachlässigen. Hier liegt keine eigentliche Diffusion, sondern Strömung vor, die im ► [Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“](#) behandelt wird.

Im *Fall hoher Drücke* (im viskosen Bereich) kann man sich anschaulich überlegen, dass die Ausbreitung der Teilchen durch Diffusion umso besser geht, je größer die Geschwindigkeit \bar{v} und die freie Weglänge \bar{l} der Gasteilchen sind. Damit ergibt sich ein qualitatives Verhalten $D \sim \bar{v}\bar{l}$. Die mittlere freie Weglänge im Fall einer einzigen Teilchenspezies wurde bereits angegeben (Gl. 52 im ► [Abschn. 2.3 in Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“](#))

Eine mathematische Durchrechnung der Diffusion im Modell der kinetischen Gastheorie mit der Annahme, dass die Teilchen harte Kugel mit Durchmesser d sind, ergibt folgendes Ergebnis

Abb. 7 Der Diffusionsstrom fließt in Richtung abnehmender Teilchendichte



$$D_{12} \approx \frac{4}{3 \cdot \pi} \cdot \frac{\sqrt{\bar{c}_1^2 + \bar{c}_2^2}}{(n_1 + n_2) \cdot (d_1 + d_2)^2} \quad (42)$$

Ein interessanter Spezialfall ist die Selbstdiffusion, bei der nur eine einzige Teilchensorte vorliegt, also die beiden Gasspezies gleich sind. Experimentell lässt sich dieser Fall untersuchen, indem man einzelne Teilchen markiert (z. B. radioaktiv) und ihre Ausbreitung misst. In dem Fall der Selbstdiffusion gilt:

$$\bar{c}_1 = \bar{c}_2 = \bar{c} \quad n_1 + n_2 = n \quad d_1 = d_2 = d \quad (43)$$

Mit Hilfe von Gl. 43 vereinfacht sich Gl. 42 bei Selbstdiffusion zu

$$D_{11} = \frac{\sqrt{2}}{3 \cdot \pi} \cdot \frac{\bar{c}_1}{n_1 \cdot d_1^2} \quad (44)$$

Man kann noch den Teilchendurchmesser d durch Einführung der mittleren freien Weglänge \bar{l} gemäß Gl. 52 (► Abschn. 2.5 in Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) eliminieren und die Viskosität gemäß Gl. 10 einführen und erhält schließlich

$$D_{11} = \frac{2}{3} \cdot \bar{c}_1 \cdot \bar{l}_1 = \frac{4}{3} \cdot \frac{\eta}{\rho} \quad (45)$$

Eine derartige Formel hatte Maxwell bereits 1860 durch qualitative Überlegungen erhalten, wobei allerdings der Vorfaktor gerade halb so groß war. Die Gl. 42 liefert eine gute quantitative Beschreibung der experimentellen Werte (Tab. 3).

Tab. 3 Diffusionskonstante für verschiedene Gase der Spezies 1 in Luft bei 20 °C und 1 bar. Die errechneten Werte wurden mittels Gl. 42 erhalten

Gas 1	Diffusionskonstante D_{12} ($10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) experimentelle Werte	Diffusionskonstante D_{12} ($10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) errechnete Werte
H ₂	7,2	7,4
He	7,1	6,5
H ₂ O	2,5	1,9
Ne	3,2	3,1
N ₂	2,2	2,0
O ₂	2,0	2,0
Ar	1,9	1,9
CO ₂	1,5	1,5
Kr	1,5	1,5
Xe	1,2	1,2



Reale Gase und Dämpfe

5

Karl Jousten

Zusammenfassung

Im Gegensatz zu idealen Gasen spielen bei realen Gasen das Eigenvolumen der Atome oder Moleküle und die Anziehungskräfte zwischen ihnen eine Rolle. Die Zustandsgleichungen des idealen Gases werden für reale Gase durch die Einführung von Virialkoeffizienten modifiziert. Das „Harte-Kugel-Modell“ des idealen Gases wird durch ein Potenzialmodell der Molekülannäherung ersetzt. Die Verdampfungsrate aus Flüssigkeiten und Festkörper wird mit Hilfe des Sättigungsdampfdrucks berechnet.

1 Zustandsgleichungen

Im ► Kap. 3, „Gasgesetze und Kinetische Gastheorie“ wurde die Zustandsgleichung des idealen Gases angegeben, die eine Beziehung zwischen Druck, Volumen und Temperatur herstellt. Sie lautet nach dem Druck umgeschrieben:

$$p = \frac{\nu \cdot R \cdot T}{V} = \frac{N \cdot k \cdot T}{V} \quad (1)$$

In genauen Messungen bemerkte *Regnault* 1840, dass reale Gase ein von dieser Zustandsgleichung abweichendes Verhalten zeigen – insbesondere bei hohen Teilchenanzahldichten und bei tiefen Temperaturen. Diese Abweichungen sollen nun genauer untersucht werden.

Zunächst betrachten wir die Abweichungen bei hohen Teilchenanzahldichten. Wie wir bereits festgestellt haben, sind die Gasteilchen kleine Kugelchen mit einem

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

Durchmesser d . Somit hat ein einzelnes Gasteilchen und auch eine bestimmte Menge Gas ein Eigenvolumen. Bei hohen Teilchenanzahlldichten ist das Eigenvolumen des Gases nicht mehr vernachlässigbar klein gegen das dem Gas insgesamt zur Verfügung stehende Volumen. Man kann das Problem des Eigenvolumens im Harte-Kugel-Modell heute durch statistische Mechanik und Computer-Simulation lösen und erhält folgende modifizierte Zustandsgleichung:

$$p = \frac{N \cdot k \cdot T}{V} \cdot \frac{1 + y + y^2 - y^3}{(1 - y)^3} \quad (2)$$

wobei y das dimensionslose Verhältnis aus dem Eigenvolumen aller Gasteilchen und dem Volumen des Behälters ist, d. h.

$$y = \frac{\pi \cdot d^3}{6} \cdot \frac{N}{V} \quad (3)$$

In der Vakuumtechnik hat man es mit verdünnten Gasen zu tun, bei denen die Teilchendichte und damit auch das Verhältnis y noch recht klein sind. Man kann daher die obige Zustandsgleichung Gl. 1 in erster Ordnung in y nähern und erhält:

$$p = \frac{N \cdot k \cdot T}{V} \cdot \frac{1}{1 - 4y} \quad (4)$$

Nun sollen die Abweichungen bei tiefen Temperaturen diskutiert werden. Grund für die hier auftretenden Abweichungen des Verhaltens realer Gase von der Zustandsgleichung des idealen Gases ist, dass die Gasteilchen bereits bei ihrer Annäherung anziehende Kräfte aufeinander ausüben, noch bevor es zu der Berührung bei einem Stoß kommt. Als Modell kann man sich vorstellen, dass die Gasteilchen von einem anziehenden Kraftfeld umgeben sind. Derartige anziehende Kräfte (Kohäsionskräfte) treten auch bei Flüssigkeiten auf und erzeugen bekanntlich einen Überdruck (Binnendruck) in kleinen Flüssigkeitströpfchen. Ähnlich ist es bei Gasen, bei denen die gegenseitigen Anziehungskräfte der Teilchen den auf eine äußere Wand wirkenden Druck verringern. Die Größe des Binnendrucks (Eigendruck) ist proportional zur Volumenstoßrate χ (Gl. 57 im ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“), also proportional zum Quadrat der Teilchenanzahlldichte N/V . Eine entsprechende Korrektur der Zustandsgleichung Gl. 1 auf den Binnendruck wird somit proportional zu $(N/V)^2$ sein.

Um das Eigenvolumen und den Binnendruck des Gases zu berücksichtigen, stellte van der Waals 1873 eine empirische, nach ihm benannte Zustandsgleichung auf:

$$p = \frac{\nu \cdot R \cdot T}{V - \nu \cdot b_m} - \frac{\nu^2}{V^2} \cdot a_m \quad (5)$$

Diese Gleichung enthält die zwei empirisch eingeführten Parameter a_m und b_m , die Van-der-Waals-Konstanten genannt werden. Vergleicht man den ersten Term der rechten Seite von Gl. 5, der das Eigenvolumen beschreibt, mit der rechten Seite von

Gl. 4, so ergibt sich, dass der Parameter b_m/N_A gerade das Vierfache des Eigenvolumens eines Gasteilchens ist:

$$b_m = 4 \cdot \frac{\pi}{6} \cdot d^3 \cdot N_A \quad (6)$$

Der Parameter a_m beschreibt die Größe des aus den anziehenden Kräften resultierenden Binnendrucks.

Die beiden Parameter a_m und b_m können aus genauen Messungen des Verhaltens realer Gase bestimmt werden. Die experimentellen Daten zeigen, dass b_m kaum von der Temperatur abhängt, was bei fester Teilchengröße auch zu erwarten ist, während a_m eine ausgeprägte Abhängigkeit von der Temperatur (etwa wie $T^{-1/2}$) besitzt. Grund hierfür ist, dass mit fallender Temperatur die Gasteilchen langsamer werden (die Geschwindigkeit ist ja proportional zu $T^{1/2}$), als Folge hiervon die anziehenden Kräfte während eines Stoßes länger wirken und somit einen größeren Einfluss ausüben.

Der Ansatz von van der Waals (Gl. 5) ist aus physikalischer Sicht ungünstig, da der Parameter a_m als konstant (also nicht temperaturabhängig) angenommen wird, es aber nicht ist. Wesentlich besser lässt sich das Verhalten realer Gase beschreiben, wenn man die Temperaturabhängigkeit des Einflusses der anziehenden Kräfte explizit ausschreibt, wie es in der 1949 von Redlich und Kwong [1] angegeben Zustandsgleichung gemacht ist. Diese ist allerdings mathematisch bei der Berechnung thermodynamischer Zustandsgrößen unbequem.

Eine weitere Möglichkeit zur Beschreibung des Verhaltens eines realen Gases ist die Erweiterung der Zustandsgleichung durch eine formale Potenzreihenentwicklung nach der Dichte oder dem Druck (*Virialentwicklung*). Bricht man die Reihe nach dem Term erster Ordnung ab, so lautet die Entwicklung nach dem Druck:

$$p = \frac{\nu \cdot R \cdot T}{V} \cdot (1 + B''(T) \cdot p) \quad (7)$$

In dieser Gleichung wurde der sogenannte zweite Virialkoeffizient B'' eingeführt (Tab. 1), der von der Temperatur T abhängt.

Vergleicht man die Van-der-Waals-Gleichung Gl. 5 und die Virialgleichung Gl. 7 unter der Annahme, dass die durch a_m , b_m und B'' beschriebenen Abweichungen des realen vom idealen Gas klein sind und nur in erster Ordnung berücksichtigt werden müssen, so findet man folgenden Zusammenhang zwischen Virialkoeffizient und Van-der-Waals-Konstanten:

$$B''(T) = \frac{b_m}{R \cdot T} - \frac{a_m}{R^2 \cdot T^2} \quad (8)$$

Tab. 2 gibt eine Zusammenstellung experimenteller Werte für die Van-der-Waals-Konstanten und für die Viskosität sowie den hieraus errechneten Teilchendurchmessern an. Der aus b_m berechnete Durchmesser sollte der Durchmesser der harten Teilchenkugel sein, da im Van-der-Waals-Ansatz die Teilchenanziehung separiert ist.

Tab. 1 Der zweite Virialkoeffizient B'' gemäß Gl. 7 verschiedener Gase bei 23 °C, dessen Unsicherheit $u(B'')$, und der Temperaturkoeffizient $\Delta B''/\Delta T$ im Raumtemperaturbereich (18 °C bis 30 °C). Die Werte beruhen auf gemessenen und bewerteten Daten [2]

Gasart		B'' (23 °C) cm^3/mol	$u(B'')$ cm^3/mol	$\Delta B''/\Delta T$ (18 °C bis 30 °C) $\text{cm}^3/(\text{mol K})$
Wasserstoff	H ₂	14,7	0,5	0,035
Deuterium	D ₂	13,4	0,5	0,02
Helium	He	11,7	0,5	-0,0045
Methan	CH ₄	-43,7	1,0	0,44
Wasserdampf	H ₂ O	-1200	150	18
Neon	Ne	11,2	1,0	0,037
Ethylen	C ₂ H ₂	-176,1	25	2,1
Stickoxid	NO	-22,2	2,0	0,22
Stickstoff	N ₂	-5,1	0,5	0,25
Kohlenmonoxid	CO	-8,8	0,5	0,18
Sauerstoff	O ₂	-16,9	1,0	0,24
Argon	Ar	-16,5	0,5	0,25
Kohlendioxid	CO ₂	-126,5	2,0	0,98
Krypton	Kr	-52,7	1,0	0,5
Xenon	Xe	-136,5	3,0	0,92

Dagegen beinhaltet der aus der Viskosität (behandelt im Modell nicht anziehender, harter Kugeln) berechnete Durchmesser auch die gegenseitige Teilchenanziehung und sollte daher größer sein als der aus b_m berechnete. Die experimentellen Daten (Tab. 2) zeigen dieses Verhalten, mit Ausnahme der beiden leichtesten Gase H₂ und He. Ein Grund für die Diskrepanz könnte sein, dass die angegebenen, der Literatur entnommenen Van-der-Waals-Konstanten Mittelwerte über einen größeren Temperaturbereich sind und bei der angenommenen Temperatur nicht gut stimmen.

Beispiel 1

Der Virialkoeffizient von Stickstoff bei 20 °C soll gemäß Gl. 8 aus den Van-der-Waals-Konstanten errechnet werden.

$$B''(T) = \frac{39,1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3 \cdot \text{mol}^{-1}}{8,314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 293 \text{ K}} - \frac{0,139 \text{ Pa} \cdot \text{m}^6 \cdot \text{mol}^{-2}}{(8,314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 293 \text{ K})^2} \quad (9)$$

$$= 1,61 \cdot 10^{-8} \frac{1}{\text{Pa}} - 2,34 \cdot 10^{-8} \frac{1}{\text{Pa}} = -0,73 \cdot 10^{-8} \frac{1}{\text{Pa}}$$

Zum Vergleich beträgt der experimentelle Wert $B'' = -0,24 \cdot 10^{-8} \text{ Pa}^{-1}$ (Abb. 1). Die große Abweichung zwischen errechnetem Wert (Gl. 9) und experimentellem Wert ist verständlich, da bei der Rechnung die Differenz zweier etwa gleichgroßer Terme gebildet wird, so dass das Ergebnis stark von den Werten der Terme abhängt, die jedoch wegen der Van-der-Waals-Konstanten unzuverlässig sind.

Tab. 2 Eigenschaften verschiedener Gase bei 20 °C nach der relativen Teilchenmasse M_r geordnet. a_m und b_m sind experimentelle Werte der Van-der-Waals-Konstanten, η experimentelle Werte der Viskosität. Der Teilchendurchmesser d wurde wie vermerkt aus b_m gemäß Gl. 6 und aus η gemäß Gl. 13 (siehe ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“) errechnet

Gasart	M_r	a_m $\frac{m^6 \cdot Pa}{mol^2}$	b_m $\frac{10^{-6} \cdot m^3}{mol}$	d aus b_m nm	η 10^{-6} $Pa \cdot s$	d aus	d aus
						η	d aus η nm
Wasserstoff	H ₂	2,016	0,0244	26,6	0,276	8,82	0,274
Helium	He	4,003	0,0034	23,7	0,266	19,65	0,218
Methan	CH ₄	16,043	0,2253	42,8	0,324	11,08	0,410
Ammoniak	NH ₃	17,031	0,4170	37,1	0,309	10,05	0,437
Wasserdampf	H ₂ O	18,015	0,5464	30,5	0,289	9,7	0,451
Neon	Ne	20,180	0,0211	17,1	0,238	31,50	0,258
Acetylen	C ₂ H ₂	26,038	0,4390	51,4	0,344	10,08	0,486
Kohlenmonoxid	CO	28,010	0,1485	39,9	0,316	17,64	0,374
Stickstoff	N ₂	28,013	0,1390	39,1	0,314	17,59	0,374
Ethylen	C ₂ H ₄	28,054	0,4471	57,1	0,356	10,15	0,493
Ethan	C ₂ H ₆	30,07	0,5489	63,8	0,370	9,29	0,524
Sauerstoff	O ₂	31,999	0,1360	31,8	0,293	20,39	0,359
Chlorwasserstoff	HCl	36,461	0,3667	40,8	0,319	14,08	0,447
Argon	Ar	39,948	0,1345	32,2	0,294	22,3	0,363
Kohlendioxid	CO ₂	44,010	0,3592	42,7	0,324	14,88	0,456
Distickstoffoxid	N ₂ O	44,013	0,3782	44,2	0,327	14,52	0,461
Propan	C ₃ H ₈	44,097	0,8664	84,5	0,406	8,18	0,615
n-Butan	C ₄ H ₁₀	58,113	1,447	122,6	0,460	7,60	0,683
Schwefeldioxid	SO ₂	64,065	0,6714	56,4	0,355	12,97	0,536
Chlor	Cl ₂	70,905	0,6493	56,2	0,355	12,87	0,552
Benzol	C ₆ H ₆	78,114	1,800	115,4	0,451	7,5	0,741
Krypton	Kr	83,80	0,2318	39,8	0,316	25,07	0,412
Xenon	Xe	131,29	0,4194	51,1	0,343	22,79	0,484
Tetrachlorkohlenstoff	CCl ₄	153,822	2,039	138,3	0,479	11,9	0,697
Quecksilber	Hg	200,59	0,8093	17,0	0,238	22,6	0,540

Für zuverlässige Berechnungen des Gaszustandes sollte man also nicht die Van-der-Waals-Gleichung Gl. 5, sondern die Virialgleichung Gl. 7 mit gemessenen Virialkoeffizienten (Abb. 1 und Tab. 1) benutzen.

2 Eigenschaften der Gasteilchen und Verhalten des Gases

Bislang wurden die Gasteilchen als kleine harte Kugeln, die sich bei kleinen Abständen anziehen, behandelt. Das entspricht dem Wissensstand zu Beginn des 20. Jahrhunderts. Seither wurden der Aufbau von Atomen und Molekülen sowie ihre

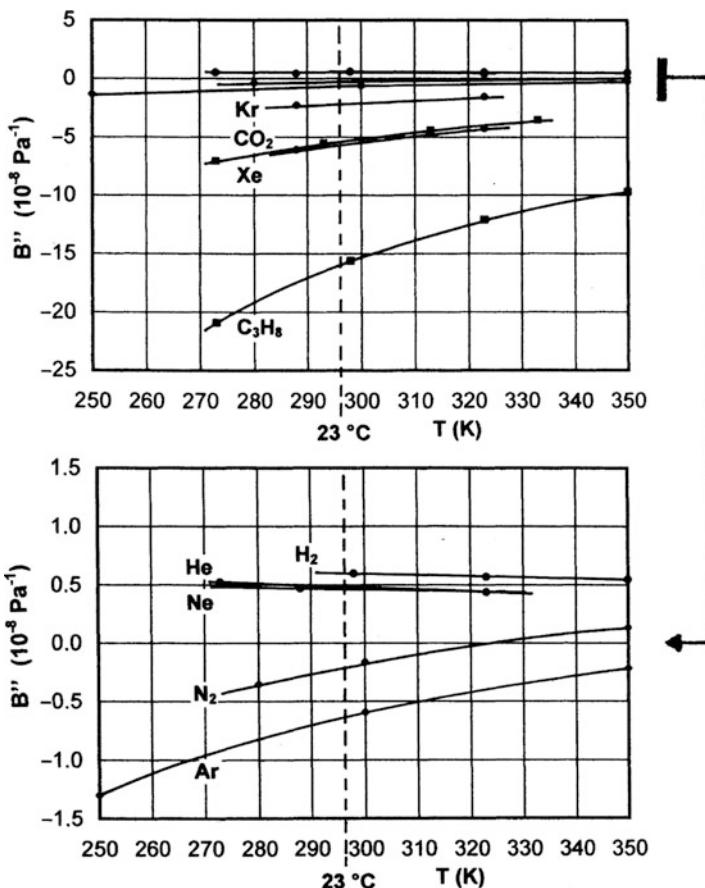


Abb. 1 Zweiter Virialkoeffizient einiger Gase als Funktion der Temperatur. Das *untere Bild* zeigt einen Ausschnitt des oberen, bei dem die Ordinate um den Faktor 10 gedehnt ist

gegenseitige Wechselwirkung umfassend untersucht [4–6]. Es wurden theoretische Modelle entwickelt und numerische Berechnungen durchgeführt, die aus den mikroskopischen Eigenschaften eines einzelnen Gasteilchens die makroskopischen Eigenschaften eines Gases herleiten.

Ein Atom besteht aus einem nahezu punktförmigen Kern und einer Hülle aus Elektronen. Die Dichte dieser Hülle ist in Nähe des Kerns sehr hoch und fällt allmählich nach außen hin ab. Die Dichteverteilung kann mit der modernen Quantenmechanik berechnet werden, siehe z. B. Abb. 2. Ein zwei- oder mehratomiges Molekül besteht aus mehreren Atomen mit überlappenden Elektronenhüllen.

Aufgrund der Elektronenhülle hat ein tatsächliches Gasteilchen – im Gegensatz zu einer harten Kugel – keine feste äußere Begrenzung und keinen eindeutigen Durchmesser.

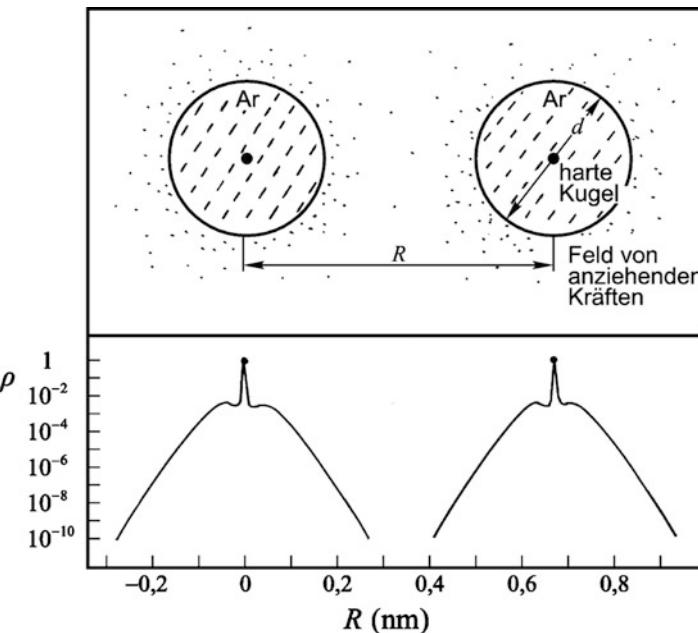


Abb. 2 Modellvorstellung von Gasteilchen am Beispiel von Argon. Oberes Bild: Klassische Vorstellung als harte Kugeln mit Durchmesser d , die sich bei kurzen Entfernungen R gegenseitig anziehen. Unten: Moderne Vorstellung als Elektronenwolke mit räumlicher Ladungsverteilung ρ (normiert auf den Maximalwert) (Bild aus [3])

Es soll nun die Wechselwirkung zweier Gasteilchen betrachtet werden. Die Teilchen sind elektrisch neutral, können aber ein elektrisches Dipolmoment besitzen. Manche komplizierteren Moleküle wie Wasser besitzen aufgrund ihres inneren Aufbaus ein permanentes elektrisches Dipolmoment. Auch kann die Elektronenhülle eines einfachen Atoms (z. B. Edelgas) durch ein Nachbaratom so verschoben werden, dass ein elektrisches Dipolmoment induziert wird.

Wenn sich zwei Teilchen annähern, entsteht zunächst eine elektrische Kraft zwischen ihnen, infolge ihrer elektrischen Dipolmomente. Diese Kraft kann sowohl anziehend als auch abstoßend sein, je nach Art der beteiligten Teilchen und der Symmetrie der Gesamtelektronenhülle. Bei Edelgasen ist die Kraft schwach anziehend und das resultierende Potenzial verhält sich als Funktion des Kernabstandes R wie R^{-6} . Es nimmt somit rasch nach außen hin ab.

Wenn sich zwei Teilchen aufeinander zu bewegen, nimmt der Überlapp ihrer Elektronenhüllen zu. Mit zunehmendem Überlapp nimmt auch die abstoßende Kraft zwischen den Elektronenhüllen zu und wird schließlich größer als die anziehende Kraft der Dipolmomente. In einer groben Näherung kann man die Größe eines Teilchens durch denjenigen Kernabstand R charakterisieren, bei dem die Wechselwirkung von langreichweiter Anziehung zu kurzreichweiter Abstoßung übergeht.

Damit haben wir bereits das anziehende-weiche-Kugel-Modell eines Gasteilchens angegeben und die Wechselwirkungskräfte zwischen zwei Teilchen qualitativ beschrieben. Diese Kräfte bestimmen das Verhalten bei der Annäherung zweier Teilchen im Stoß und damit die makroskopischen Eigenschaften eines Gases.

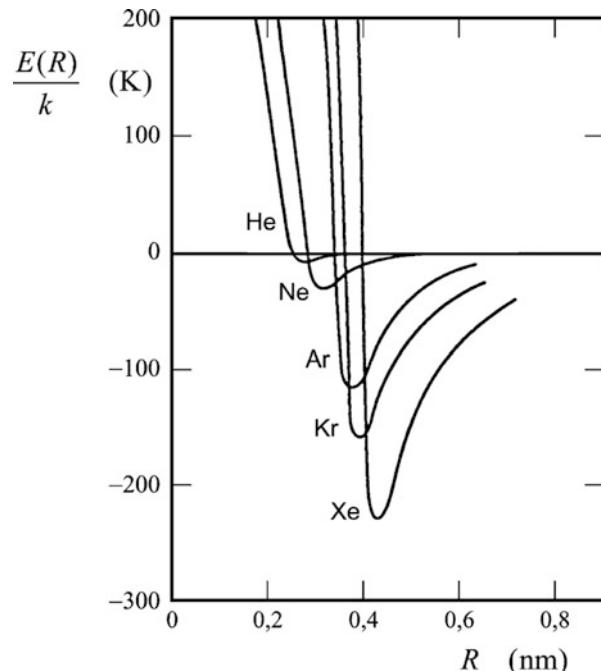
Die Wechselwirkungskraft resultiert aus der Abhängigkeit der potenziellen Energie vom Kernabstand. Die moderne Quantenmechanik erlaubt eine theoretische Berechnung des Potenzials und moderne Stoßexperimente ergeben aussagekräftige Informationen zu den atomaren Stößen. Abb. 3 zeigt entsprechende Potenzialwerte für die Edelgase. Der Nulldurchgang der potenziellen Energie liegt bei einem Kernabstand von 0,3 bis 0,4 nm, der etwa mit dem Wert des Teilchendurchmessers im Harte-Kugel-Modell übereinstimmt.

Wie man in Abb. 3 sieht, nimmt mit steigender Massenzahl die Größe der Teilchen nur geringfügig zu, die Anziehungskraft jedoch erheblich zu. Beim Aufeinandertreffen komplexer Moleküle hängt die Anziehung auch von der Orientierung der Teilchen zueinander ab.

Die tatsächliche potenzielle Energie zwischen zwei Teilchen lässt sich recht genau durch eine einfache analytische Funktion annähern, nämlich durch das *Lennard-Jones-Potential*. Dieser Ansatz benutzt nur zwei Parameter, nämlich die minimale Energie ε und den Teilchenabstand σ , bei dem die potenzielle Energie Null wird (Abb. 4):

$$E(R) = 4 \left[\left(\frac{\sigma}{R} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{R} \right)^6 \right] \quad (10)$$

Abb. 3 Potenzielle Energie zwischen zwei gleichen Edelgasatomen als Funktion des Kernabstandes. Die Ordinate zeigt die Energie geteilt durch die Boltzmann-Konstante und hat die Einheit Kelvin



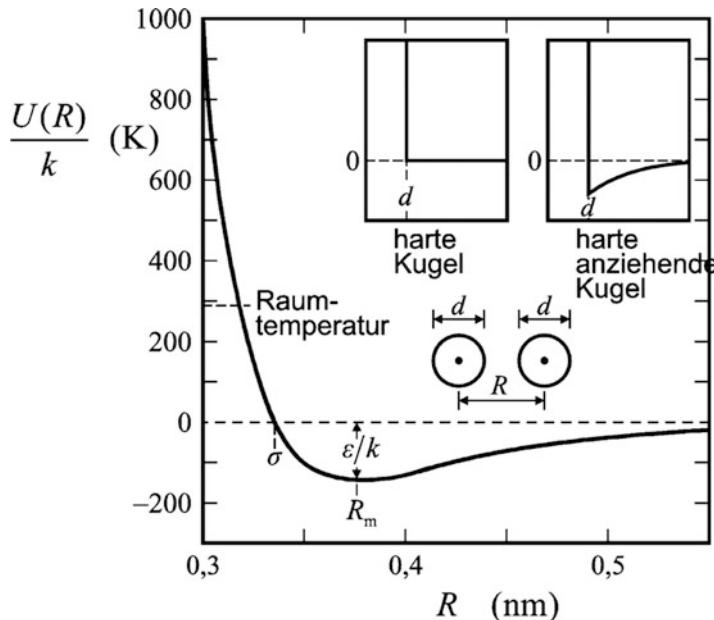


Abb. 4 Potenzielle Energie zweier Argon-Atome als Funktion ihres Kernabstandes. Im gezeigten Bereich weicht das angepasste 12-6-Lennard-Jones-Potenzial vom tatsächlichen Potenzial um nicht mehr als die Strichstärke ab. Zum Vergleich zeigen die kleinen Bilder oben rechts die potenzielle Energie im Harte-Kugel-Modell und im Anziehende-Harte-Kugel-Modell (aus [3])

Das 12-6-Lennard-Jones Potential hat ein Minimum der Energie bei einem Kernabstand R_m , der sich durch Ableiten von Gl. 10 berechnet zu:

$$R_m = 2^{1/6}\sigma = 1,12\sigma \quad (11)$$

Abb. 3 zeigt die potenzielle Energie zwischen zwei gleichen Edelgasatomen. Tab. 3 gibt eine Zusammenstellung der angepassten Parameter für Lennard-Jones-Potentiale verschiedener Gase.

Ist die potenzielle Energie $E(R)$ zweier Atome als Funktion ihres Kernabstandes bekannt, dann lassen sich mikroskopische Größen wie Viskosität, Wärmeleitfähigkeit, Diffusion und zweiter Virialkoeffizient herleiten. Das ist allerdings eine mühevolle Arbeit: Zunächst muss der Übertrag von Impuls und Energie für eine Vielzahl unterschiedlicher Stoßgeometrien (frontal und streifend) ausgerechnet werden. Dann müssen die korrekten Mittelwerte über eine große Zahl einzelner Stöße gebildet werden. Diese Aufgabe ist lösbar, wie zuerst Chapman und Enskog im Jahr 1916 gezeigt haben.

Die makroskopischen Eigenschaften hängen von der Temperatur ab. Bei höherer Temperatur haben die Gasteilchen mehr kinetische Energie und sind schneller. Damit werden sie weniger durch die langreichweiten Kräfte beeinflusst und können sich im Stoß enger annähern. Die Berechnung der makroskopischen Eigenschaften ergibt

Tab. 3 Massenzahl A_r , Minimum ε und Nulldurchgang der potenziellen Energie für einige Gasarten. Literaturwerte für ε streuen erheblich. Grund hierfür ist, dass diese häufig von Messwerten der Temperaturabhängigkeit der Viskosität abgeleitet wurden. Dieses Verfahren hat eine große Messunsicherheit zur Bestimmung von ε

Gas	A_r (l)	ε/k (K)	σ (nm)
He	4,00	11	0,27
Ne	20,18	42	0,28
Ar	39,94	142	0,34
Kr	83,70	195	0,36
Xe	131,30	270	0,39
H ₂	2,02	107	0,28
N ₂	28,02	103	0,36
O ₂	32,00	129	0,34
CO ₂	44,01	246	0,38
CH ₄	16,04	152	0,37
CF ₄	88,01	152	0,47

folgende Formeln für Viskosität η , Wärmeleitfähigkeit λ , Selbst-Diffusionskoeffizient D und zweiten Virialkoeffizienten B'' bei einem einatomaren Gas:

$$\eta(T) = \frac{5\sqrt{2}}{8\pi} \cdot \frac{kT}{\bar{c}} \cdot \frac{1}{\sigma^2} \cdot \frac{1}{\Omega_{\text{krit.}}^{(2,2)}(kT/\varepsilon)} \quad (12)$$

$$\lambda(T) = \frac{75}{128\sqrt{2}} k \bar{c} \frac{1}{\sigma^2} \cdot \frac{1}{\Omega_{\text{krit.}}^{(2,2)}(kT/\varepsilon)} \quad (13)$$

$$D_{11}(T) = \frac{3}{16\sqrt{2}} \bar{c} \frac{1}{n} \cdot \frac{1}{\sigma^2} \cdot \frac{1}{\Omega_{\text{krit.}}^{(1,1)}(kT/\varepsilon)} \quad (14)$$

$$B''(T) = \frac{2\pi}{3} \cdot \frac{\sigma^3}{kT} B^*(kT/\varepsilon) \quad (15)$$

In diesen Ausdrücken stehen die reduzierten Stoßintegrale $\Omega_{\text{krit.}}^{(2,2)}$ und $\Omega_{\text{krit.}}^{(1,1)}$ sowie der reduzierte Virialkoeffizient B^* . Diese dimensionslosen Parameter hängen vom Verhältnis aus thermischer Energie $k T$ und Energie ε im Potenzialminimum ab. Dieses Verhältnis wird auch reduzierte Temperatur genannt. Für ein Lennard-Jones-Potential können die Parameter numerisch ausgerechnet werden (Abb. 5).

Eine anschauliche Deutung des reduzierten Stoßintegrals $\Omega_{\text{krit.}}$ ist, dass sich ein reales Gas verhält wie ein harte-Kugel-Gas mit effektivem Durchmesser $\sigma/\Omega_{\text{krit.}}$, wobei σ der Kernabstand ist, bei dem das internukleare Potenzial null ist. Die Temperaturabhängigkeit der reduzierten Stoßintegrale $\Omega_{\text{krit.}}^{(1,1)}$ und $\Omega_{\text{krit.}}^{(2,2)}$ sowie des reduzierten Virialkoeffizienten B^* (Abb. 5) ist verständlich: Bei höherer Temperatur ($k T/\varepsilon > 30$) verhalten sich die Teilchen wie harte Kugeln mit einem Durchmesser geringfügig kleiner als σ . Bei noch höheren Temperaturen kommen

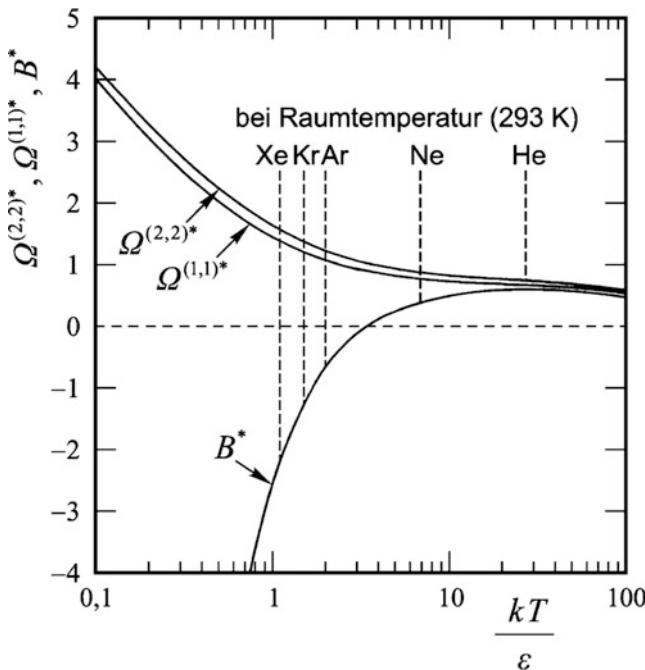


Abb. 5 Reduzierte Stoßintegrale und reduzierter zweiter Virialkoeffizient als Funktion der reduzierten Temperatur kT/ε . Die senkrechten gestrichelten Linien kennzeichnen die reduzierten Temperaturen der angegebenen Gase bei Zimmertemperatur

sich die Teilchen während des Stoßes noch näher und scheinen somit zu schrumpfen. Bei niedrigerer Temperatur ($kT/\varepsilon > 1$) wird die gegenseitige Anziehung der Gasteilchen wichtig. Die effektive Reichweite der anziehenden Kräfte wird größer und die Teilchenbahnen werden hierdurch gestört, was einem Stoß gleichkommt. Daher scheinen die Gasteilchen zu kleinen Temperaturen hin größer zu werden.

Beispiel 2

Es sollen Viskosität η , Wärmeleitfähigkeit λ , Selbstdiffusion D (bei 1 bar) und der zweite Virialkoeffizient B'' von Argon mit Hilfe der Gl. 12 bis Gl. 15 berechnet werden.

Aus Tab. 3 liest man folgende Werte ab: $\sigma = 0,34 \cdot 10^{-9} \text{ nm}$ und $\varepsilon/k = 142 \text{ K}$. Hieraus ergibt sich für das Argument des Stoßintegrals: $kT/\varepsilon = 293 \text{ K}/142 \text{ K} = 2,06$.

Das Argument des Stoßintegrals ist gerade die Abszisse in Abb. 5. Aus dieser Abbildung können nun die Werte des reduzierten Stoßintegrals und des zweiten Virialkoeffizienten abgelesen werden.

$$\Omega_{\text{krit.}}^{(2,2)}(2,06) = 1,16; \quad \Omega_{\text{krit.}}^{(1,1)}(2,06) = 1,06; \quad B^*(2,06) = -0,6.$$

Mit diesen Werten errechnet man:

$$\eta = \frac{5\sqrt{2}}{8\pi} \cdot \frac{1,38 \cdot 10^{-23} \text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 293\text{K}}{394\text{m} \cdot \text{s}^{-1}} \cdot \frac{1}{(0,34 \cdot 10^{-9}\text{m})^2} \cdot \frac{1}{1,16} \\ = 22 \cdot 10^{-6} \text{Pa} \cdot \text{s} \quad (16)$$

$$\lambda = \frac{75}{128\sqrt{2}} 1,38 \cdot 10^{-23} \text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 394\text{m} \cdot \text{s}^{-1} \frac{1}{(0,34 \cdot 10^{-9}\text{m})^2} \cdot \frac{1}{1,16} \\ = 17 \cdot 10^{-3} \frac{\text{W}}{\text{m} \cdot \text{K}} \quad (17)$$

$$D_{11} = \frac{3}{16\sqrt{2}} 394\text{m} \cdot \text{s}^{-1} \frac{\text{m}^3}{2,47 \cdot 10^{25}} \cdot \frac{1}{(0,34 \cdot 10^{-9}\text{m})^2} \cdot \frac{1}{1,06} \\ = 1,7 \cdot 10^{-5} \frac{\text{m}^2}{\text{s}} \quad (18)$$

$$B'' = \frac{2\pi}{3} \cdot \frac{(0,34 \cdot 10^{-9}\text{m})^3}{1,38 \cdot 10^{-23} \text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 293\text{K}} \cdot (-0,6) = -1.2 \cdot 10^{-8} \frac{1}{\text{Pa}} \quad (19)$$

Die berechneten Werte können mit experimentellen Daten verglichen werden (Tab. 2 im ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“):

$$\eta = 22,3 \cdot 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{s}; \quad \lambda = 17,3 \cdot 10^{-3} \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}; \\ D_{11} = 1,8 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \text{s}^{-1}; \quad B'' = -0,74 \cdot 10^{-8} \text{ Pa}^{-1}$$

Es zeigt sich, dass berechnete und gemessene Werte konsistent sind mit Ausnahme des zweiten Virialkoeffizienten B'' . Ursache für die Abweichung könnte sein, dass der berechnete Wert sehr empfindlich auf die Abszisse $k T/\varepsilon$ ist, also das Minimum ε des Potentials.

3 Sättigungsdampfdruck

Ist ein Gefäß mit einer bestimmten Menge einer Flüssigkeit (oder eines Festkörpers) gefüllt, so hängt der sich einstellende Zustand von den Umgebungsbedingungen und dem Volumen ab, wie in Abb. 6 gezeigt.

Bei genügend großem Kolbendruck ist nur die Flüssigkeit bzw. der Festkörper vorhanden (a). Wird der Kolben hochgezogen, entsteht ein Raum zwischen Flüssigkeit und Kolben (b). Dieser ist jedoch nicht leer, denn von der freien Oberfläche der Flüssigkeit oder des Festkörpers werden durch die thermische Bewegung ständig einzelne Teilchen herausgelöst. Diesen Vorgang nennt man verdampfen bzw. sublimieren (Abb. 7).

Nehmen wir an, dass die herausgelösten Gasteilchen an den Wänden des Raumes diffus reflektiert werden und nicht haften bleiben. Dann trifft ein von der Oberfläche emittiertes Teilchen nach einigen Stößen mit anderen Teilchen oder mit der Wand wieder auf die Oberfläche. Hier kann es dann mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit kondensieren, also wieder in die Flüssigkeit oder in den Festkörper eingebaut werden, oder es kann auch diffus reflektiert werden.

Nach genügend langer Wartezeit stellt sich in einem abgeschlossenen Raum ein stationäres Gleichgewicht zwischen der Menge der verdampfenden (sublimierenden) Teilchen und der kondensierenden Teilchen ein. Man nennt diesen Zustand Sättigung und den sich ergebenden Druck *Sättigungsdampfdruck* (Abb. 6b). Ist der Kolben noch recht weit unten, so ist der größte Teil des Stoffes flüssig (bzw. fest) und nur ein kleiner Teil gasförmig. Ist der Kolben weiter oben, so ist ein großer Teil des Stoffes gasförmig und nur ein geringer Teil flüssig (bzw. fest). Unabhängig von der Kolbenhöhe herrscht jedoch im Gleichgewicht immer der gleiche Sättigungsdampfdruck. Der flüssige (bzw. feste) Teil dient sozusagen als Reservoir. Wird der Kolben noch weiter herausgezogen, dann ist das Reservoir irgendwann ausgeschöpft und der Druck sinkt ab (Abb. 6c).

Abb. 6 Dampfdruck einer Flüssigkeit: *a* nur Flüssigkeit, *b* Flüssigkeit und Gas koexistent, *c* nur Gas

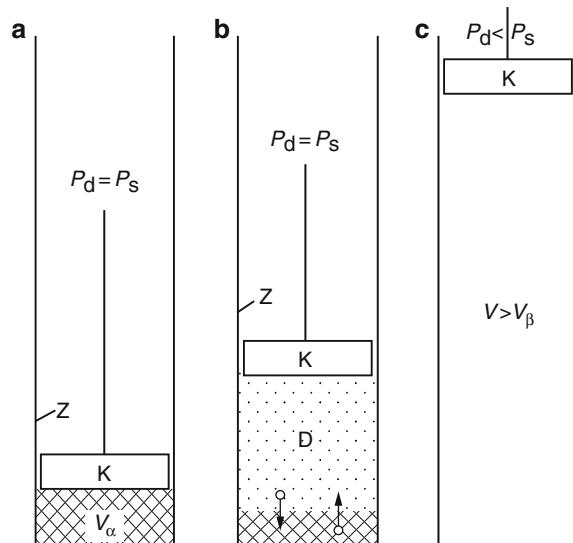
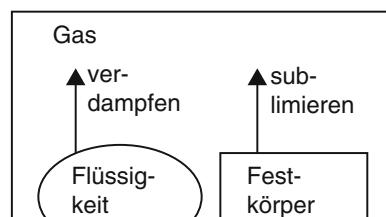


Abb. 7 Phasenübergänge



Der Sättigungsdampfdruck p_s hängt nur von der Substanz und der Temperatur ab. Die Temperaturabhängigkeit des Dampfdrucks lässt sich in der Thermodynamik in einem einfachen Modell beschreiben. Entscheidende Größe ist die Energie, die zur Loslösung von Teilchen aus der Flüssigkeit bzw. aus dem Festkörper benötigt wird. Man beschreibt diese durch die *spezifische Verdampfungsenthalpie* Δh , d. h. die Verdampfungsenthalpie pro Masse. Thermodynamische Überlegungen zeigen, dass ein einfacher Zusammenhang zwischen der Änderung des Dampfdrucks mit der Temperatur T und der spezifischen Verdampfungsenthalpie Δh besteht. Diese Beziehung wird *Clausius-Clapeyron-Gleichung* genannt:

$$\frac{dp_s}{dT} = \frac{\Delta h}{\Delta v} \cdot \frac{1}{T} \quad (20)$$

In dieser Gleichung wurde noch die Größe Δv eingeführt, die die Zunahme des spezifischen Volumens (also Volumen/Masse) beim Übergang von der Flüssigkeit bzw. vom Festkörper in die Gasphase ist.

Um den Sättigungsdampfdruck p_s zu berechnen, kann man die Clausius-Clapeyron-Gleichung über die Temperatur integrieren. Hierzu macht man vereinfachende Annahmen: Das spezifische Volumen im gasförmigen Zustand beträgt $v = R_s / T p_s$ und ist im flüssigen bzw. festen Zustand vernachlässigbar klein (Null). Ferner wird angenommen, dass die spezifische Verdampfungsenthalpie Δh unabhängig von der Temperatur ist. Wählt man (willkürlich) als Anfangstemperatur der Integration den Siedepunkt T_{siede} , also die Temperatur, bei der der Sättigungsdampfdruck gleich dem Normdruck $p_n = 101\,325 \text{ Pa}$ ist, so ergibt die Integration von Gl. 20:

$$\ln\left(\frac{p_s}{p_n}\right) = \frac{\Delta h}{R_s} \cdot \left(\frac{1}{T_{\text{siede}}} - \frac{1}{T} \right) \quad (21)$$

Trägt man entsprechend dieser Formel in einem Diagramm den Sättigungsdampfdruck auf einer logarithmisch geteilten Ordinate gegen die inverse Temperatur T^{-1} auf linear geteilter Abszisse auf (sogenannter *Arrhenius-Plot*), so sollte sich eine Gerade ergeben.

Die experimentellen Daten (Abb. 8 und 9) zeigen in der Tat einen näherungsweise geradlinigen Verlauf über mehrere Dekaden. Eine leichte Krümmung kommt dadurch zustande, dass die Verdampfungsenthalpie nicht wie angenommen konstant ist, sondern mit steigender Temperatur kleiner wird. Denn bei höherer Temperatur ist die thermische Bewegung von Flüssigkeiten und Festkörpern stärker, der innere Zusammenhang ist schwächer und somit benötigt das Austreten (Verdampfen) von Teilchen weniger Energie. Am so genannten *kritischen Punkt* wird schließlich die Verdampfungsenthalpie sogar Null. Da die Clausius-Clapeyron-Gleichung die starke Änderung des Sättigungsdampfdrucks mit der Temperatur über viele Zehnerpotenzen tendenziell gut beschreibt, behält man diese auch bei genauerer Beschreibung experimenteller Daten bei, fügt aber Korrekturterme der Temperaturabhängigkeit auf der rechten Seite ein.

Beispiel 3

Der Sättigungsdampfdruck von Wasserdampf bei 20 °C soll mittels Gl. 21 berechnet werden.

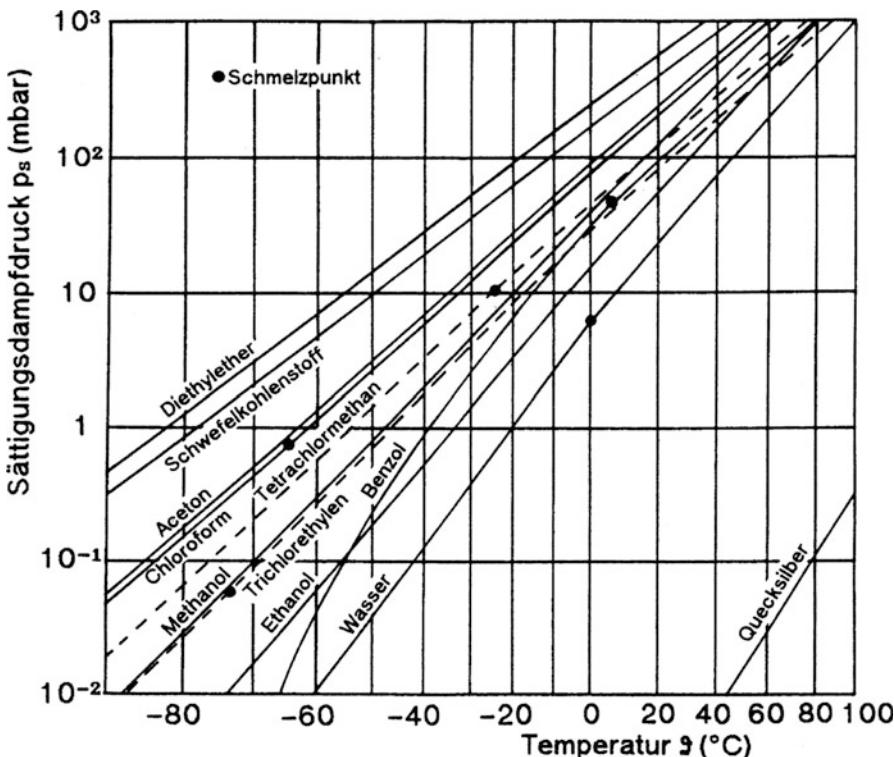


Abb. 8 Sättigungsdampfdruck verschiedener Lösemittel

Der Siedepunkt von Wasser liegt bei $T = 373,124$ K (nach Internationaler Temperaturskala ITS-90). Die spezifische Gaskonstante kann aus der Teilchenmasse berechnet werden und ist $R_s = 461,5 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Die spezifische Verdampfungswärme beträgt $2,454 \text{ MJ/kg}$ bei 20°C , aber nur noch $2,257 \text{ MJ/kg}$ bei 100°C ; wir wollen in grober Näherung in diesem Temperaturintervall einen mittleren Wert von $2,36 \text{ MJ/kg}$ annehmen. Mit den angegebenen Werten lässt sich der Sättigungsdampfdruck von Wasser bei 20°C unter Ausnutzung von Gl. 21 berechnen:

$$\begin{aligned}
 p_s &= p_n \cdot \exp \left[\frac{\Delta h}{R_s} \cdot \left(\frac{1}{T_{\text{siede}}} - \frac{1}{T} \right) \right] \\
 &= 101\,325 \cdot \exp \left[\frac{2,36 \cdot 10^6 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1}}{461,5 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}} \cdot \left(\frac{1}{373,12 \text{ K}} - \frac{1}{293,15 \text{ K}} \right) \right] \quad (22) \\
 &= 101\,325 \cdot \exp \left[5114 \text{ K} \cdot \frac{-7,31 \cdot 10^{-4}}{\text{K}} \right] = 2411 \text{ Pa}
 \end{aligned}$$

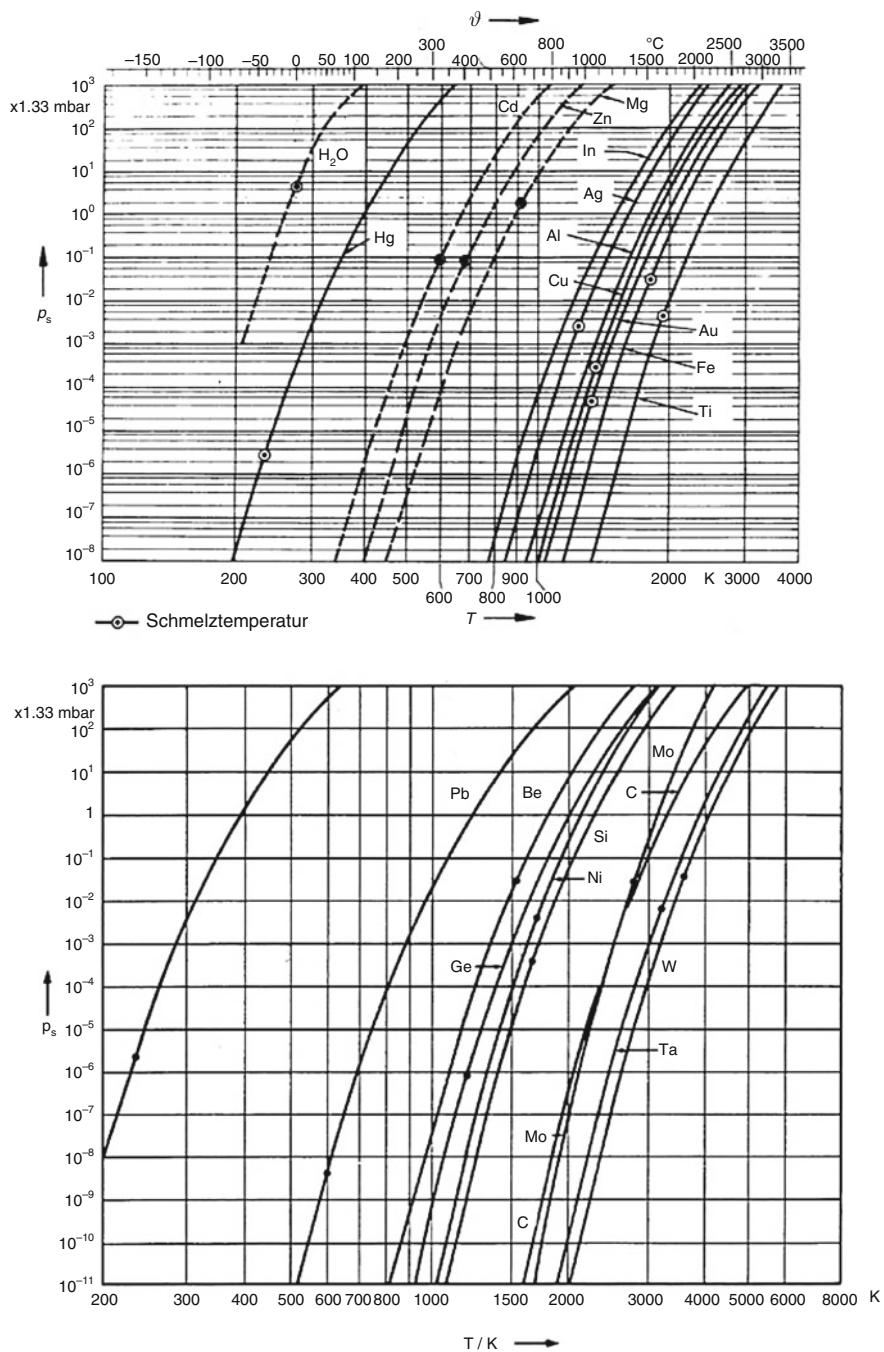


Abb. 9 Sättigungsdampfdruck von H_2O und verschiedener Metalle

Zum Vergleich: Der tatsächliche Wert des Sättigungsdampfdrucks von Wasser bei 20 °C ist $p_s = 2339$ Pa.

Wegen der großen Bedeutung des Wasserdampfs für die Vakuumtechnik sind in Tab. 4 spezifische Daten und in Tab. 5 Werte des Sättigungsdampfdrucks und auch der Dichte im relevanten Temperaturbereich angegeben. Wichtig für die Vakuumtechnik sind auch die Dampfdrücke von Ölen (Abb. 10) und Fetten (Abb. 11), von Elastomeren (Abb. 12), die als Dichtmaterialien verwendet werden, sowie von Gasen (Abb. 13), besonders solchen, die in der Kryotechnik eingesetzt werden.

4 Verdampfungsrate

Beim Sättigungsdampfdruck herrscht ein stationäres Gleichgewicht zwischen den von der Oberfläche einer Flüssigkeit bzw. eines Festkörpers austretenden Teilchen und den aus dem Gasraum auftreffenden und kondensierenden Teilchen. Flächenbezogene Verdampfungsrate und flächenbezogene Kondensationsrate sind gleich. Letztere errechnet sich aus Kondensationswahrscheinlichkeit σ_K (Tab. 6) und Flächenstoßrate (Gl. 45 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“):

$$\frac{\text{verdampfende Teilchen}}{\text{Fläche} \cdot \text{Zeit}} = \frac{\text{kondensierende Teilchen}}{\text{Fläche} \cdot \text{Zeit}} \\ = \sigma_K \frac{n_s \bar{c}}{4} = \sigma_K \frac{p_s \bar{c}}{4kT} \quad (23)$$

Hierbei sind n_s die Teilchenanzahl dichte und p_s der Druck des gesättigten Dampfes.

Tab. 4 Spezifisches Volumen V_{spez} , spezifische Wärmekapazität C_p , und spezifische Verdampfungsenthalpie Λ_{spez} von gesättigtem Wasserdampf über Wasser bzw. Eis. Zu Sättigungsdampfdruck und Dichte siehe folgende Tab. 5

$\frac{\vartheta}{\text{C}}$	$\frac{T}{\text{K}}$	$\frac{V_{\text{spez}}}{\text{m}^3 \cdot \text{kg}^{-1}}$ über Eis	$\frac{V_{\text{spez}}}{\text{m}^3 \cdot \text{kg}^{-1}}$ über Wasser	$\frac{\Lambda_{\text{spez}}}{\text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1}}$	$\frac{C_p}{\text{kJ kg}^{-1} \text{K}^{-1}}$
-30	243,15	2860	1750		
-20	253,15	1111	926		
-10	263,15	465,1	424		
0	273,15	206,300	206,300	2500,5	1,858
20	293,15		57,840	2453,4	1,862
40	313,15		19,560	2406,2	1,871
60	333,15		7,682	2357,9	1,881
80	353,15		3,410	2307,8	1,901
100	373,15		1,673	2255,5	1,94

Es ist: $\Lambda'_{\text{spez}}(T) = \Lambda_{\text{spez}}(T) + p_s(T) \cdot V_{\text{spez}}(T)$ und analog: $\Lambda'_{\text{molar}}(T) = \Lambda_{\text{molar}}(T) + p_s(T) \cdot V_{\text{molar}}(T)$ mit $\Lambda = \text{Verdampfungswärme}$

Tab. 5 Druck p_s und Dichte ρ_s des gesättigten Dampfes über flüssigem reinem Wasser (für $\vartheta < 0$ °C unterkühlte Flüssigkeit, in Klammern: über Eis) im Temperaturbereich $\vartheta = (-100) - (140)$ °C. Dampfdruck berechnet nach [7]

ϑ °C	p_s hPa	ρ_s g/m ³
-100	($1,40 \cdot 10^{-5}$)	
-80	($5,47 \cdot 10^{-4}$)	
-60	($1,08 \cdot 10^{-2}$)	
-40	(0,1284)	
-30	0,5103 (0,3800)	0,57 (0,35)
-20	1,2559 (1,0324)	1,08 (0,9)
-14	2,0776 (1,8120)	1,739 (1,5)
-12	2,4432 (2,1731)	2,029 (1,8)
-10	2,8652 (2,5989)	2,359 (2,15)
-8	3,3511 (3,0998)	2,739 (2,55)
-6	3,9092 (3,6873)	3,170 (3,01)
-4	4,5485 (4,3748)	3,660 (3,54)
-2	5,2791 (5,1772)	4,214 (4,15)
0	6,1121 (6,1115)	4,847
1	6,5708	5,192
2	7,0597	5,559
3	7,5806	5,947
4	8,1352	6,360
5	8,7254	6,797
6	9,3531	7,260
7	10,020	7,750
8	10,729	8,270
9	11,482	8,819
10	12,281	9,399
11	13,129	10,01
12	14,028	10,06
13	14,980	11,35
14	15,989	12,07
15	17,057	12,83
16	18,187	13,63
17	19,383	14,48
18	20,647	15,37
19	21,982	16,31
20	23,392	17,30
21	24,882	18,34
22	26,453	19,43
23	28,110	20,58
24	29,858	21,78
25	31,699	23,05

(Fortsetzung)

Tab. 5 (Fortsetzung)

ϑ	p_s	ρ_s
°C	hPa	g/m³
26	33,639	24,38
27	35,681	25,78
28	37,831	27,24
29	40,092	28,78
30	42,470	30,38
31	44,970	32,07
32	47,597	33,83
33	50,356	35,68
34	53,252	37,61
35	56,292	39,63
36	59,481	41,75
37	62,825	43,96
38	66,331	46,26
39	70,005	48,67
40	73,853	51,19
41	77,882	53,82
42	82,100	56,56
43	86,513	59,41
44	91,129	62,39
45	95,956	65,50
46	101,00	68,73
47	106,27	72,10
48	111,78	75,61
49	117,53	79,26
50	123,53	83,06
51	129,79	87,01
52	136,32	91,12
53	143,13	95,39
54	150,23	99,83
55	157,63	104,4
56	165,34	109,2
57	173,37	114,2
58	181,73	119,4
59	190,43	124,7
60	199,48	130,2
61	208,89	135,9
62	218,68	141,9
63	228,86	148,1
64	239,44	154,5
65	250,43	161,2
66	261,84	168,1
67	273,70	175,2

(Fortsetzung)

Tab. 5 (Fortsetzung)

ϑ	p_s	ρ_s
°C	hPa	g/m ³
68	286,00	182,6
69	298,77	190,2
70	312,02	198,1
71	325,77	206,3
72	340,02	214,7
73	354,79	223,5
74	370,10	232,5
75	385,97	241,8
76	402,40	251,5
77	419,42	261,4
78	437,04	271,7
79	455,28	282,3
80	474,16	293,3
81	493,68	304,6
82	513,88	316,3
83	534,77	328,3
84	556,36	340,7
85	578,68	353,5
86	601,74	366,6
87	625,57	380,2
88	650,17	394,2
89	675,59	408,6
90	701,82	423,5
91	728,90	438,8
92	756,85	454,5
93	785,68	470,7
94	815,42	487,4
95	846,09	504,5
96	877,71	522,1
97	910,31	540,3
98	943,91	558,9
99	978,53	578,1
100	1014,19	597,8
101	1050,93	618,0
102	1088,75	638,8
103	1127,70	660,2
104	1167,80	682,2
105	1209,06	704,7
106	1251,52	727,8
107	1295,20	751,6
108	1340,14	776,0
109	1386,35	801,0

(Fortsetzung)

Tab. 5 (Fortsetzung)

ϑ °C	p_s hPa	ρ_s g/m³
110	1433,86	826,7
111	1482,71	853,0
112	1532,91	880,0
113	1584,51	907,7
114	1637,52	936,1
115	1691,98	965,2
116	1747,92	995,0
117	1805,36	1026
118	1864,34	1057
119	1924,89	1089
120	1987,04	1122
121	2050,82	1156
122	2116,27	1190
123	2183,41	1225
124	2252,28	1262
125	2322,91	1299
126	2395,34	1337
127	2469,59	1375
128	2545,71	1415
129	2623,73	1456
130	2703,69	1497
131	2785,61	1540
132	2869,54	1583
133	2955,51	1627
134	3043,56	1673
135	3133,72	1719
136	3226,04	1767
137	3320,55	1815
138	3417,29	1865
139	3516,30	1915
140	3617,61	1967

Anders ist die Situation, wenn die austretenden Teilchen nicht zurückkommen, weil sie z. B. von einer Pumpe gepumpt werden, von einem Gasstrom weggerissen werden oder einfach auf den Kammerwänden kondensieren. In diesen Fällen nimmt die Flüssigkeits- bzw. Festkörpermengen durch Verdampfung ständig ab.

Nimmt man an, dass keines der verdampfenden Gasteilchen zur Oberfläche zurückkommt und dort kondensiert, so ergibt sich der Teilchenverlust pro Fläche und Zeit aus der flächenbezogenen Verdampfungsrate (Gl. 23).

Hieraus errechnet sich der Massenverlust pro Fläche und Zeit (Massenstromdichte) durch Multiplikation mit der Teilchenmasse m_T :

Abb. 10 Sättigungsdampfdruck p_S von Treibmitteln für Treibmittel-Pumpen in Abhängigkeit von der Temperatur ϑ . 1 Quecksilber; 2 Fomblin Y-LVAC 06/6; 3 Hochvakuumöl <leicht>; 4 Hochvakuumöl <normal>, Fomblin Y-HVAC 18/8; 5 Ultrahochvakuumöl; 6 Uralen, Convalex 10, Santovac 5; 7 Silikonöl DC 705

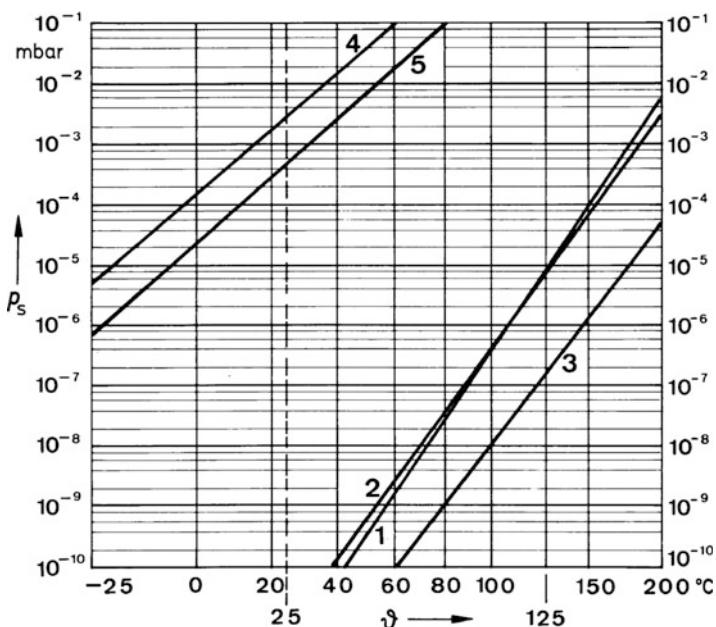
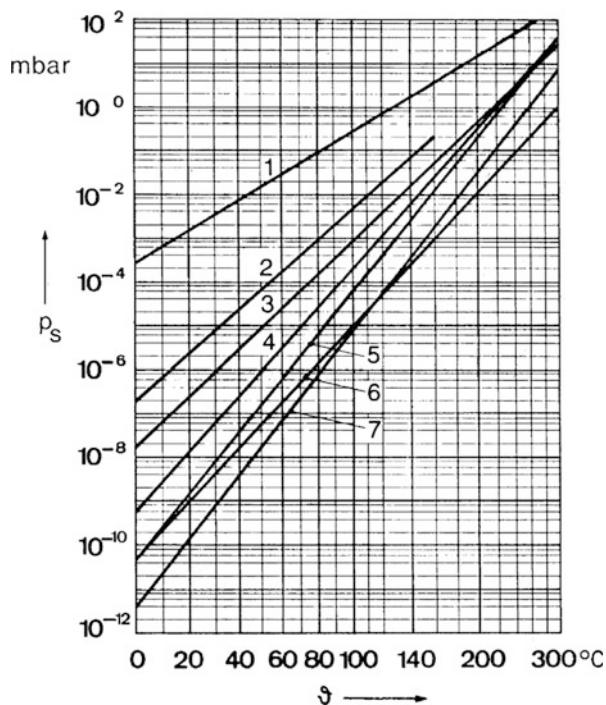
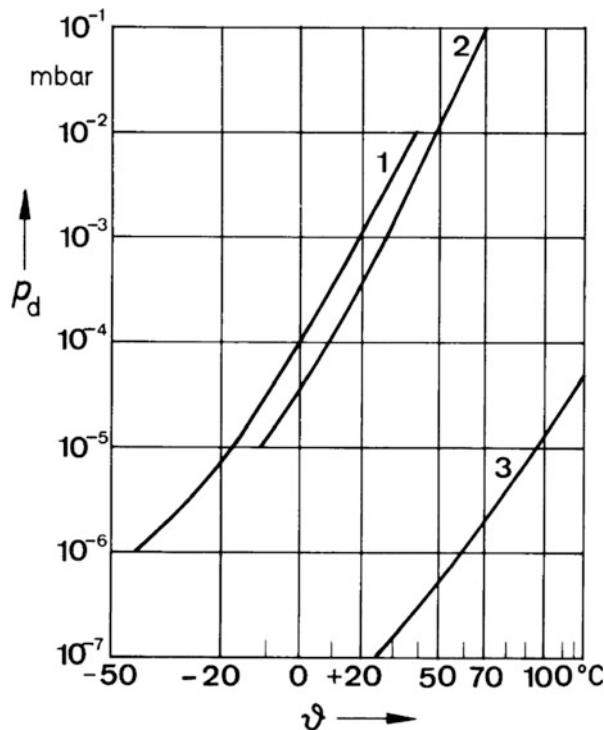


Abb. 11 Sättigungsdampfdruck p_S von Vakuumfetten und Picein in Abhängigkeit von der Temperatur ϑ . 1 Fett P; 2 Fett R; 3 Silikonfett; 4 Picein; 5 Ramseyfett

Abb. 12 Dampfdrücke p_s von Elastomeren in Abhängigkeit von der Temperatur ϑ . 1 Perbunan; 2 Silikongummi; 3 Teflon



$$\frac{\text{verdampfende Masse}}{\text{Fläche} \cdot \text{Zeit}} = \sigma_K \frac{p_s \bar{c} m_T}{4kT} = \sigma_K \frac{2p_s}{\pi \bar{c}} \quad (24)$$

Die Messung sehr niedriger Dampfdrücke, wie etwa bei den hochschmelzenden Metallen Wolfram, Molybdän und Tantal, erfolgt dadurch, dass man die Massenverdampfungsrate misst und mittels Gl. 24 den Sättigungsdampfdruck errechnet. Der Kondensationskoeffizient hat hier praktisch den Wert $\sigma_K = 1,00$. Einige Werte für Wolfram sind in Tab. 7 angegeben.

Beispiel 4

Ein Wolframdraht (Durchmesser 0,1 mm, Länge 100 mm) glüht mit 3200 K im Vakuum. Der Massenverlust pro Zeit beträgt nach Gl. 24:

$$\begin{aligned} \frac{\text{Masse}}{\text{Zeit}} &= \sigma_K \cdot \frac{2 \cdot p_s}{\pi \bar{c}} \cdot A = 1 \cdot \frac{2 \cdot 6,13 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}}{\pi \cdot 607 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}} \cdot \pi \cdot 10^{-4} \text{ m} \cdot 0,1 \text{ m} = 2 \cdot 10^{-9} \frac{\text{kg}}{\text{h}} \\ &= 7,2 \cdot 10^{-6} \frac{\text{kg}}{\text{s}} \end{aligned} \quad (25)$$

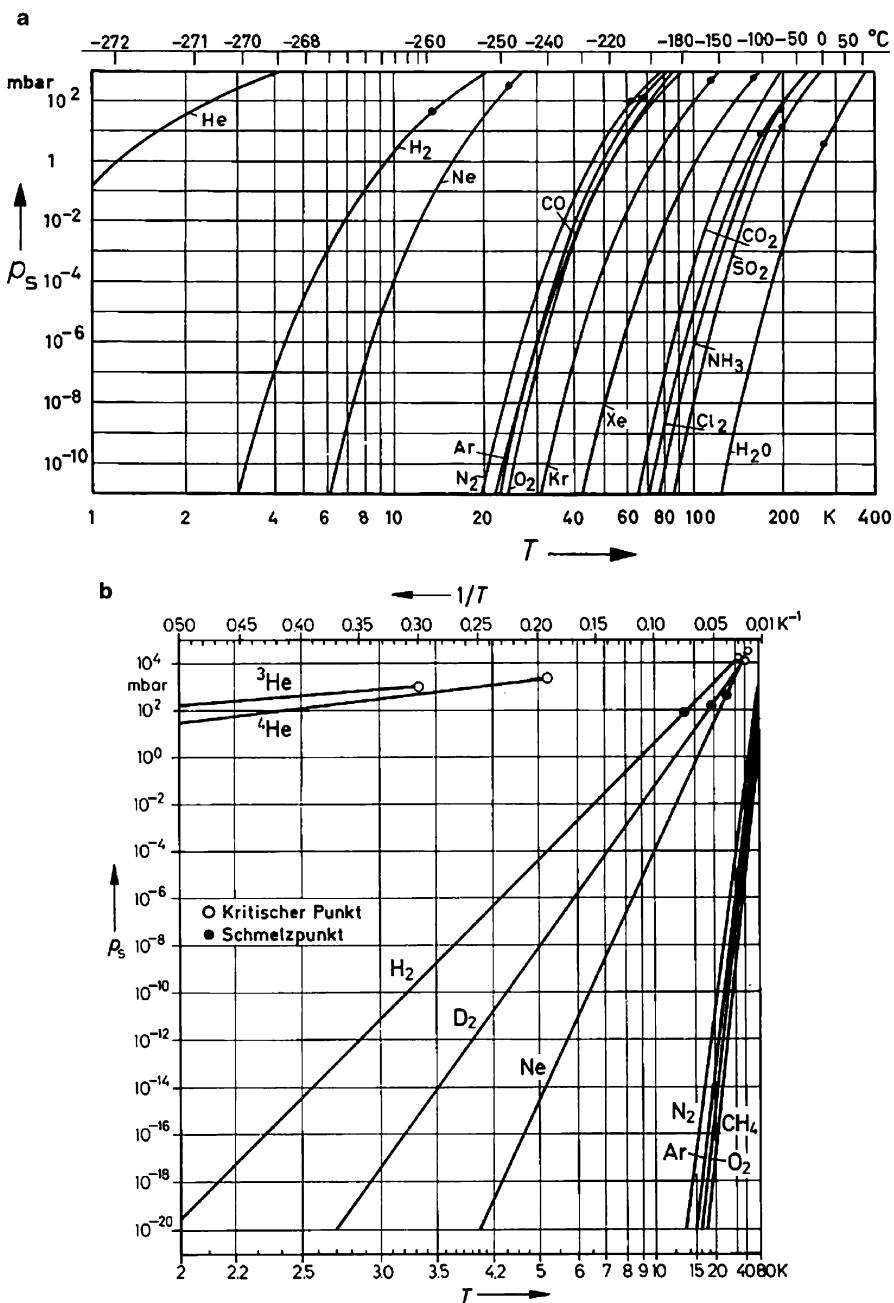


Abb. 13 *a* Sättigungsdampfdrücke p_s verschiedener Gase im Temperaturbereich $T = 1 - 400$ K. Punkt: Schmelztemperatur *b* Sättigungsdampfdrücke p_s verschiedener kryotechnisch wichtiger Stoffe im Temperaturbereich $T = 2 - 80$ K

Tab. 6 Kondensationswahrscheinlichkeit (Kondensationskoeffizient) σ_K einiger Stoffe unter verschiedenen Bedingungen. (Die aus der Literatur zu entnehmenden Messwerte streuen erheblich.)

Stoff		Temperaturbereich °C	Sättigungsdruck p_s mbar	Sättigungsverhältnis bei der Messung $\beta = p_d/p_s$	Kondensationskoeffizient σ_K
Quecksilber Hg	fest	(−64) – (−41)	$5 \cdot 10^{-8}$ – $3 \cdot 10^{-6}$	0	0,8 – 1,0
Wasser H ₂ O	fest flüssig (−0,8) – (+4,1) (+40) – (−100)	(−13) – (−2)	2,0 – 5,2	0,5 – 0,9	0,011 – 0,022
		(−0,8) – (+4,1)	5,6 – 8,1	0,5 – 0,9	0,032 – 0,055
		(+40) – (−100)	74 – 1013	0,9 – 1	0,02 – 0,03
Acetyl-Alkohol C ₂ H ₅ OH	flüssig	(−2) – (+16)	13 – 48	0,5 – 0,8	0,024
Benzol C ₆ H ₆	flüssig	6	50	0,99	0,9

Tab. 7 Verdampfung von Wolfram im Vakuum

Temperatur (K)	Flächenbezogene Massenverdampfungsrate (kg · m ^{−2} · s ^{−1})	Sättigungs-dampfdruck (Pa)	Mittlere Teilchengeschwindigkeit (m s ^{−1})
2000	$1,76 \cdot 10^{-12}$	$1,33 \cdot 10^{-9}$	480
2400	$4,26 \cdot 10^{-9}$	$3,52 \cdot 10^{-6}$	526
2800	$1,10 \cdot 10^{-6}$	$9,84 \cdot 10^{-4}$	568
3200	$6,38 \cdot 10^{-5}$	$6,13 \cdot 10^{-2}$	607
3600	$1,51 \cdot 10^{-3}$	1,53	644

Da Wolfram eine Dichte von $19,254 \text{ kg/m}^3$ hat, besitzt der Draht eine Masse von $1,5 \cdot 10^{-5} \text{ kg}$. Bei der hohen Betriebstemperatur verdampft in einer Minute knapp 1 % der Drahtmasse.

Befindet sich im Gasraum oberhalb der Oberfläche ein Fremdgas, mit dem die verdampfenden Gasteilchen zusammenstoßen, so können die Teilchen hierdurch zum Teil zur Oberfläche zurückreflektiert werden, wodurch sich die Netto-Verdampfungsrate reduziert. In unmittelbarer Nähe des Drahtes baut sich ein weitgehend mit den verdampfenden Teilchen gesättigter Raum auf. Man nennt das Verhältnis aus dem dort herrschenden Partialdampfdruck und dem Sättigungsdruck das *Sättigungsverhältnis*. Handelt es sich um Wasserdampf in Luft, so spricht man von *relativer Feuchte*.

Die Verringerung der Abdampfrate durch Fremdgas fand früher praktische Anwendung in den gasgefüllten Glühlampen. Durch Gasfüllung des Lampenkolbens kann eine Verringerung der Abdampfung um Zehnerpotenzen erreicht werden und somit die Lebensdauer gesteigert werden. Als Gas sind solche mit schweren Gasteilchen geeignet. Krypton ($M_r = 80$) ist günstiger als Argon ($M_r = 40$), aber auch teurer.

Beispiel 5

Der Wolfram-Glühfaden in einer gasgefüllten Glübirne hat eine Betriebstemperatur von 2870 K. Der Glaskolben ist mit einem Ar-N₂-Gasgemisch gefüllt. Die flächenbezogene Verdampfungsrate wurde experimentell bestimmt.

Druck des Füllgases 86 % Ar, 14 % N ₂ (Pa)	0	1 · 10 ³	5 · 10 ³	2 · 10 ⁴	1 · 10 ⁵	3 · 10 ⁵
flächenbezogene Massenverdampfungsrate (10 ⁻⁸ kg · m ⁻² · s ⁻¹)	230	66	31	14	4,1	1,5
Dampfdruck/ Sättigungsdampfdruck	0	0,73	0,87	0,94	0,982	0,9935

Beim Verdampfungsprozess wird dem verdampfenden Körper die Verdampfungswärme entzogen. Wird er nicht geheizt, so kühlt er sich durch das Verdampfen ab. Mit fallender Temperatur sinkt auch die Verdampfungsrate.

Beispiel 6

Das Verdampfen von Ethanol (Äthylalkohol, C₂H₅OH, M_r = 46) soll berechnet werden. Äthylalkohol mit der Temperatur 27 °C befindet sich in einem Gefäß in einer Vakuumkammer. Die Oberfläche ist $A = 100 \text{ cm}^2$ groß, die Füllhöhe beträgt 10 cm und das ursprüngliche Volumen 1 L.

Der Sättigungsdampfdruck beträgt nach Abb. 8 $p_s = 1 \cdot 10^4 \text{ Pa}$. Ferner hat der Kondensationskoeffizient den Wert $\sigma_K = 0,024$. Nach Gl. 24 ist die verdampfende Masse pro Zeit:

$$\frac{\text{Masse}}{\text{Zeit}} = \frac{m}{t} = \sigma_K \cdot \frac{2 \cdot p_s}{\pi \cdot c} \cdot A = 0,024 \cdot \frac{2 \cdot 1 \cdot 10^4 \text{ Pa}}{\pi \cdot 372 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}} \cdot 1 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2 \\ = 4,1 \cdot 10^{-3} \frac{\text{kg}}{\text{s}} \quad (26)$$

Soll diese Menge Ethanoldampf weggefördert werden, so muss die Pumpe mindestens folgendes Saugvermögen aufbringen:

$$\frac{\text{Volumen}}{\text{Zeit}} = \frac{m \cdot R_s \cdot T}{p} = 4,1 \cdot 10^{-3} \frac{\text{kg}}{\text{s}} \cdot \frac{181 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 300 \text{ K}}{1 \cdot 10^4 \text{ Pa}} \\ = 0,022 \frac{\text{m}^3}{\text{s}} = 80 \frac{\text{m}^3}{\text{h}} \quad (27)$$

Die spezifische Verdampfungswärme von Ethanol ist 840 kJ · kg⁻¹. Damit beträgt die durch Verdampfen abgeführte Wärmeleistung:

$$\text{Leistung } P = q_s \cdot \frac{dm}{dt} = 840 \cdot 10^3 \frac{\text{J}}{\text{kg}} \cdot 4,1 \cdot 10^{-3} \frac{\text{kg}}{\text{s}} = 3,44 \cdot 10^3 \frac{\text{J}}{\text{s}} \\ = 3,44 \text{ kW} \quad (28)$$

Wird diese Wärme nicht zugeführt, kühlt sich die Flüssigkeit rasch ab. Die ursprüngliche Menge von 1 L hat eine Masse von 0,79 kg. Bei einer spezifischen Wärmekapazität von $c = 2,43 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ergibt sich eine Temperaturabnahme pro Zeit:

$$\frac{dT}{dt} = \frac{1}{m \cdot c} \cdot p = \frac{1}{0,79\text{kg} \cdot 2430\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}} \cdot 3,44 \cdot 10^3 \frac{\text{J}}{\text{s}} = 1,8 \frac{\text{K}}{\text{s}} \quad (29)$$

Ohne externe Wärmezufuhr hätte sich die Flüssigkeit in nur 10 s von 27 °C auf 9 °C abgekühlt und der Sättigungsdampfdruck wäre auf $3 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ gesunken.

Literatur

1. Redlich, O., Kwong, J.N.S.: On the thermodynamics of solutions – an equation of state, fugacities of gaseous solutions. *Chem. Rev.* **44**, 233–245 (1949)
2. Dymond, J.H., Smith, E.B.: The Virial Coefficients of Pure Gases and Mixtures, 2. Aufl. Clarendon Press, Oxford (1980)
3. Jitschin, W.: Vakuum-Lexikon. Wiley-VCH, Weinheim (1999)
4. Reid, R.C., Prausnitz, J.M., Poling, B.E.: The Properties of Gases and Liquids. McGraw-Hill, New York (1987)
5. Maitland, G.C., Rigby, M., Smith, E.B., Wakeham, W.A.: Intermolecular Forces. Clarendon Press, Oxford (1981)
6. Chapman, S., Cowling, T.G.: The Mathematical Theory of Non-Uniform Gases, 3. Aufl. Cambridge University Press, Cambridge, UK (1970)
7. Sonntag, D.: Z. Meteorol. **70**, 340–344 (1990)



Strömung von Gasen

6

Charakterisierungen und Definitionen

Karl Jousten

Zusammenfassung

Die Transporteigenschaften von Gasen hängen stark von der Strömungsart ab. Diese wird durch das Verhältnis von der mittleren freien Weglänge zu dem kleinsten Abstand der Wandbegrenzungen bestimmt. In empirischer Weise werden in diesem Kapitel die grundlegenden Konzepte für die Strömungsarten entwickelt. Ebenso werden für die Vakuumtechnik wichtige Begriffe wie Saugleistung, Saugvermögen, Stromstärke, Strömungsleitwert und weitere eingeführt. Die Messaufbauten zur Messung des charakteristischen und des reduzierten Leitwerts werden beschrieben.

1 Strömungsarten, Begriffsdefinitionen

1.1 Charakterisierung von Strömungen, Knudsenzahl, Reynoldszahl

Strömungsvorgänge spielen in der Vakuumtechnik eine wichtige Rolle. Beim Evakuieren eines Behälters strömt das ursprünglich im Behälter vorhandene Gas, in der Regel Luft, durch Leitungen zur Pumpe, beim Anlagenbetrieb strömt Gas, das verfahrensbedingt eingelassen wird oder von Bauteilen abgegeben (desorbiert) wird, innerhalb der Anlage von den Stellen höheren Drucks zu den Stellen niedrigeren Drucks. Kenntnisse der Strömungsvorgänge sind erforderlich, um Vakuumanlagen vernünftig konstruieren und ihr Betriebsverhalten verstehen zu können.

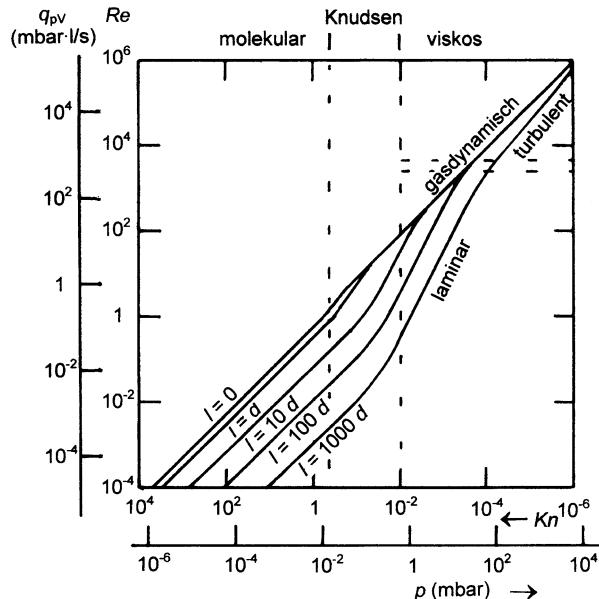
Unter Strömung versteht man die räumliche ausgedehnte Bewegung einer Substanz. Eine Strömung von Gasen resultiert sowohl aus der thermischen Bewegung der

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

Abb. 1 Strömungsformen am Beispiel von Kreisrohren mit Durchmesser $d = 1 \text{ cm}$ und unterschiedlicher Länge l wie angegeben. Als Gas wurde Luft bei 20°C angenommen. Der auf der Abszisse angegebene Druck ist der eingangsseitige, der ausgangsseitige Druck wurde als vernachlässigbar klein angenommen



einzelnen Gasteilchen als auch aus makroskopischen Kräften infolge lokaler Druckunterschiede. Das Strömungsverhalten wird bestimmt durch Druckkräfte, Trägheitskräfte und Reibungskräfte, dagegen ist die Schwerkraft bei Gasen meist vernachlässigbar. Häufig ist man nur am gesamten Gasstrom durch eine Rohrleitung interessiert, manchmal jedoch benötigt man die lokale Stromdichte in einer Apparatur.

Je nach herrschenden Bedingungen stellen sich unterschiedliche Strömungsformen ein. Für das Verständnis der Strömungsvorgänge ist es günstig, die verschiedenen Strömungsformen in Reinform einzeln zu betrachten. Die bei Strömung durch eine Leitung beliebiger Länge auftretenden Strömungsformen sind in Abb. 1 gezeigt.

Je nach Größe des Drucks und Querausdehnung der Leitung können drei Strömungsformen unterschieden werden:

- Bei genügend kleinem Druck ist die mittlere freie Weglänge der Gasteilchen sehr groß gegenüber der Querausdehnung der Leitung. Gegenseitige Teilchenstöße kommen fast nicht mehr vor, jedes Gasteilchen fliegt infolge seiner thermischen Bewegung unabhängig von den anderen Teilchen durch die Leitung, wobei häufige Stöße mit der Leitungswand einen Zickzackkurs ergeben. Durch Mittelung über die Bahnen vieler einzelner Teilchen ergibt sich das makroskopische Strömungsverhalten. Das ist der Bereich der Einzelteilchen-Strömung oder *molekularen Strömung*. Sie wird durch die thermische Bewegung der Gasteilchen angetrieben.
- Bei genügend hohem Druck ist die mittlere freie Weglänge der Gasteilchen viel kleiner als der Leitungsquerschnitt. Die Teilchen vollführen sehr viele gegenseitige Stöße, wobei ständig Impuls und Energie ausgetauscht werden. Auch in einem kleinen Volumen befinden sich sehr viele, häufig stoßende Teilchen, so

dass man das Gas als Kontinuum behandeln kann. Das ist der Bereich der Kontinuums-Strömung oder *viskosen Strömung*. Diese Art der Strömung wird durch einen lokalen Druckunterschied angetrieben.

3. Bei einem mittleren Druck befindet man sich im Übergang zwischen molekulärer und viskoser Strömung. In diesem Übergangsbereich kommen Stöße der Gasteilchen mit der Wand etwa genauso häufig vor wie gegenseitige Stöße der Gasteilchen. Man spricht von *Übergangsströmung* oder *Knudsen-Strömung*.

Für die Ausbildung einer bestimmten Strömungsform sind somit zwei Hauptkriterien bestimend: Ein Kriterium ist die mittlere freie Weglänge der Gasteilchen bezogen auf die Querausdehnung der Leitung (bei kreisförmigem Querschnitt ist das der Durchmesser). Ein weiteres Kriterium ist die Strömungsgeschwindigkeit bei vorgegebener Querausdehnung der Leitung und innerer Reibung des Gases. Es bietet sich somit an, zwei dimensionslose Kennzahlen zur quantitativen Formulierung der Kriterien zu definieren:

Die *Knudsenzahl* Kn wird definiert als das Verhältnis aus der mittleren freien Weglänge \bar{l} der Gasteilchen zwischen zwei Teilchen-Teilchen-Stößen und der charakteristischen geometrischen Ausdehnung d des Leitungsquerschnitts (Durchmesser bei Kreisrohr):

$$\text{Kn} := \frac{\bar{l}}{d} \quad (1)$$

Die mittlere freie Weglänge kann – wie in Gl. 12 im ► [Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“](#) gezeigt – aus der Viskosität η bestimmt werden, so dass Gl. 1 für die Praxis umgeschrieben werden kann zu:

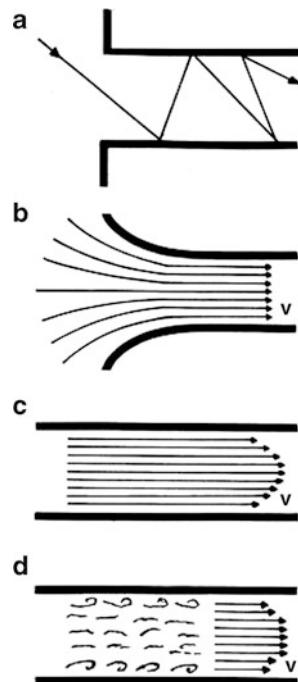
$$\text{Kn} = \frac{\pi}{4} \cdot \frac{\bar{c} \cdot \eta}{p \cdot d} \quad (2)$$

Die Knudsenzahl ist somit umgekehrt proportional zum Druck. Bei großer Knudsenzahl liegt kleiner Druck und damit molekulare Strömung vor, bei kleiner Knudsenzahl liegt viskose Strömung vor. Der Übergang zwischen den Strömungsarten ist fließend und dokumentiert sich in einer Änderung des Gasstromes durch das Bauteil. Man kann annehmen, dass näherungsweise die Grenzfälle molekulärer bzw. viskoser Strömung vorliegen, wenn etwa 90 % dieser Änderung erreicht sind. Wie quantitative Untersuchungen, die unten angegeben werden, zeigen, erhält man mit dieser Annahme die folgenden Bedingungen:

$$\begin{aligned} \text{Kn} &> 0,5 \text{ molekulare Strömung} \\ 0,5 &> \text{Kn} > 0,01 \text{ Übergangsströmung (Knudsen-Strömung)} \\ \text{Kn} &< 0,01 \text{ viskose Strömung} \end{aligned} \quad (3)$$

Wir kommen nun zum zweiten Kriterium für die Art der Strömung: der Strömungsgeschwindigkeit. Unter der Strömungsgeschwindigkeit v des Gases versteht man die

Abb. 2 Verschiedene Formen der Gasströmung:
Oben molekulare Strömung.
Darunter von oben nach unten verschiedene Formen der viskosen Strömung:
gasdynamisch (Einlaufströmung), laminar und turbulent



mittlere Geschwindigkeitskomponente der Gasteilchen in Richtung der Leitung. Üblicherweise wird die über den Leitungsquerschnitt gemittelte Geschwindigkeit angegeben.

Im Bereich molekularer Strömung fliegen die einzelnen Gasteilchen mit ihrer thermischen Geschwindigkeit zwischen den Wänden der Leitung hin und her. Die Richtung eines Teilchens nach einem Wandstoß ist (fast) unabhängig von der Richtung vorher, so dass sich ein Zickzackkurs ergibt. Die resultierende Strömungsgeschwindigkeit hängt von der Geometrie der Leitung ab, hat aber keinen Einfluss auf die Art der Strömung (Abb. 2a). Anders ist die Situation im Bereich viskoser Strömung. Hier können bei der Strömung durch eine Leitung drei Strömungsformen unterschieden werden, die von der Länge der Leitung abhängen (Abb. 2b–d).

1. Zunächst muss das Gas aus einem Vorrat (Kessel) zum Leitungseingang gelangen und dann in die Leitung einströmen (Abb. 2b). Dabei wird das Gas aus dem Ruhezustand (Strömungsgeschwindigkeit Null) auf eine endliche Strömungsgeschwindigkeit beschleunigt. Hierfür wird Beschleunigungsenergie benötigt. Diese wird dadurch aufgebracht, dass „Druckenergie“ verbraucht wird (Druckabfall) und dass thermische Energie umgewandelt wird (Abkühlung). Somit nimmt entlang des Weges, den ein Volumenelement des Gases durchläuft, die Geschwindigkeit zu, gleichzeitig sinken Druck und

Temperatur. Die Wandreibung ist bei kurzen Weglängen meist vernachlässigbar. Diese sogenannte *Einlaufströmung* ist eine Form der *gasdynamischen Strömung*.

2. Nun strömt das Gas durch die Leitung. An der Eintrittsstelle ist die Strömungsgeschwindigkeit über den gesamten Querschnitt ungefähr gleich. Doch beim Weiterströmen findet eine Abbremsung der wandnahen Schichten des Gases statt, so dass die Strömungsgeschwindigkeit an der Wand im Bereich der Grenzschicht auf Null abfällt. Die Dicke der Grenzschicht nimmt entlang des Weges zu. Welche Form der Strömung sich nach einer gewissen Einlaufstrecke einstellt, hängt von der Strömungsgeschwindigkeit, dem Reibungsverhalten des Gases und der Querschnittsgröße ab. Bei kleiner Geschwindigkeit bewegen sich alle einzelnen Volumenelemente in Richtung des Druckabfalls. Dabei sind die Volumenelemente in der Mitte der Leitung schneller als die Volumenelemente am Rand der Leitung. Es ergibt sich somit ein Geschwindigkeitsprofil über den Leitungsquerschnitt (Abb. 2c). Diese Art der Strömung heißt *laminare Strömung*.
3. Ist dagegen die Strömungsgeschwindigkeit hoch, so werden auch die mit der Geschwindigkeit zunehmenden Reibungskräfte groß. Ein Volumenelement, das mit höherer Geschwindigkeit in einem Abstand von der Leitungswand strömt, wird durch die Abbremsung der langsam strömenden wandnahen Schicht zur Wand hin abgelenkt. Die ablenkenden Kräfte nehmen mit der Reibung und daher mit der Geschwindigkeit zu, während die richtungsbewahrenden Trägheitskräfte unabhängig von der Geschwindigkeit sind. Somit wird bei genügend großer Geschwindigkeit die Ablenkung dominierend und in der Strömung entstehen Turbulenzen und Wirbel (Abb. 2d). Das Kriterium für das Einsetzen von Turbulenzen ist das Verhältnis aus Reibungskraft (proportional zur Viskosität η des Gases) und Trägheitskraft (proportional zur Dichte ρ des Gases) bei einer bestimmten Strömungsgeschwindigkeit v (Mittelwert über den Querschnitt) und einem bestimmten Leitungsquerschnitt. Üblicherweise beschreibt man das Kriterium durch die *Reynolds-Zahl* Re :

$$Re := \frac{\rho}{\eta} \cdot v \cdot d \quad (4)$$

Die Größe d charakterisiert den Leitungsquerschnitt, im Fall eines Kreisrohrs ist es der Durchmesser d . Quantitative Untersuchungen ergeben folgendes Strömungsverhalten:

$$\begin{aligned} Re < 2300 & \text{ laminare Strömung} \\ Re > 4000 & \text{ turbulente Strömung} \end{aligned} \quad (5)$$

Strömt ein Gas durch eine Leitung, so definiert man als Stromstärke q das Verhältnis aus hindurchströmender Menge und Zeit. Die Menge eines Gases kann auf verschiedene Weisen angegeben werden und dementsprechend gibt es verschiedene Stromstärken:

$$\text{Volumenstromstärke } q_V = \frac{\Delta V}{\Delta t} = \dot{V} [q_V] = \frac{\text{m}^3}{\text{s}} \quad (6)$$

$$\text{Massenstromstärke } q_m = \frac{\Delta m}{\Delta t} = \dot{m} [q_m] = \frac{\text{kg}}{\text{s}} \quad (7)$$

$$\text{Stoffmengenstromstärke } q_\nu = \frac{\Delta \nu}{\Delta t} = \dot{\nu} [q_\nu] = \frac{\text{mol}}{\text{s}} \quad (8)$$

$$\text{Teilchenanzahlstromstärke } q_N = \frac{\Delta N}{\Delta t} = \dot{N} [q_N] = \frac{1}{\text{s}} \quad (9)$$

Statt „Stromstärke“ wird synonym der Begriff „Durchfluss“ verwendet. Man beachte, dass sich die Volumenstromstärke entlang einer Leitung ändern kann. Beispielsweise ist sie am Ausgang einer Leitung größer als am Eingang, da entlang der Leitung der Druck abnimmt und entsprechend das Volumen einer Gasmenge zunimmt.

Ferner wird häufig die pV -Stromstärke bzw. der pV -Durchfluss (englisch: throughput) benutzt:

$$pV\text{-Durchfluss } q_{pV} = p \cdot \dot{V} [q_{pV}] = \frac{\text{Pa} \cdot \text{m}^3}{\text{s}} = 10 \frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} \quad (10)$$

Unter Benutzung der Zustandsgleichung des idealen Gases (Gl. 18 bis 20 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“)

$$p \cdot V = N \cdot k \cdot T = m \cdot R_s \cdot T = \nu \cdot R \cdot T \quad (11)$$

und der Definition der mittleren Teilchengeschwindigkeit (Gl. 43 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“)

$$\bar{c} = \sqrt{\frac{8}{\pi} \cdot \frac{k \cdot T}{m_T}} = \sqrt{\frac{8}{\pi} \cdot R_s \cdot T} = \sqrt{\frac{8}{\pi} \cdot \rho} \quad (12)$$

lassen sich die verschiedenen Stromstärken ineinander umrechnen:

$$q_V = \frac{q_{pV}}{p} \quad (13)$$

$$q_m = \frac{q_{pV}}{R_s \cdot T} = \frac{8}{\pi} \frac{q_{pV}}{\bar{c}^2} = \frac{2q_{pV}}{c_w^2} = M \cdot q_\nu \quad (14)$$

$$q_\nu = \frac{q_{pV}}{R \cdot T} \quad (15)$$

$$q_N = \frac{q_{pV}}{k \cdot T} \quad (16)$$

Tab. 1 Umrechnung einiger gebräuchlicher Einheiten für den Gasdurchfluss. „Norm“ bedeutet Gasvolumen bei Normbedingungen (p_n, T_n)

Einheit	Umrechnung	Definition
$\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$	$= 1 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$	pV -Durchfluss von $1 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$
$\text{mbar} \cdot \text{L}/\text{s}$	$= 0,1 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$	pV -Durchfluss von $1 \text{ mbar} \cdot \text{L}/\text{s}$
Torr $\cdot \text{L}/\text{s}$	$= 0,133322 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$	pV -Durchfluss von $1 \text{ Torr} \cdot \text{L}/\text{s}$
$\text{atm} \cdot \text{cm}^3/\text{s}$	$= 0,101325 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$	pV -Durchfluss von $1 \text{ atm} \cdot \text{cm}^3/\text{s}$
lusec	$= 0,000133322 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$	pV -Durchfluss von $1 \text{ L} \cdot \mu\text{mHg}/\text{s}$
sccm	$\Leftrightarrow 0,0018124 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ bei 20°C	Durchfluss von Norm- cm^3/min
slm	$\Leftrightarrow 1,8124 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ bei 20°C	Durchfluss von Norm-L/min = 10^3 sccm
mol/s	$\Leftrightarrow 2437,4 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ bei 20°C	Stoffmengendurchfluss pro Sekunde

In Tab. 1 sind verschiedene gebräuchliche Einheiten für den Gasstrom zusammengestellt.

Beispiel 1

Durchflussmessgeräte zeigen häufig in der Einheit „sccm“ (standard cubic centimeter per minute) an. 1 sccm ist ein Gasstrom von $1 \text{ cm}^3/\text{min}$, wobei das Gasvolumen bei Normbedingungen („standard“, $p_n = 101.325 \text{ Pa}$, $\vartheta_n = 0^\circ\text{C}$) ermittelt wird. Die Umrechnung in den pV -Durchfluss bei 20°C ist wie folgt:

$$1 \text{ sccm} \Leftrightarrow \frac{101.325 \text{ Pa} \cdot 1 \text{ cm}^3_{273 \text{ K}}}{\text{min}} \cdot \frac{293,15 \text{ K}}{273,15 \text{ K}} = 1,8124 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Pa} \cdot \text{m}^3}{\text{s}} = 1,8124 \cdot 10^{-2} \frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} \quad \text{bei } 20^\circ\text{C} \quad (17)$$

Beispiel 2

Bei einer Klimaanlage beträgt die zulässige Leckrate 3 g pro Jahr für das Kältemittel Tetrafluorethan R134a ($\text{CH}_2\text{F-CF}_3$), Massenzahl 102. Welchen pV -Wert (bei 20°C) hat die Leckrate? Man rechnet unter Benutzung von Gl. 14:

$$q_{pV} = q_m \cdot \frac{R}{M} \cdot T = \frac{0,003 \text{ kg}}{3,156 \cdot 10^7 \text{ s}} \cdot \frac{8,314 \frac{\text{J}}{\text{mol} \cdot \text{K}}}{0,102 \frac{\text{kg}}{\text{mol}}} \cdot 293 \text{ K} = 2,27 \cdot 10^{-6} \frac{\text{Pa} \cdot \text{m}^3}{\text{s}} = 2,27 \cdot 10^{-5} \frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} \quad (18)$$

Strömt das Gas in den Saugstutzen einer Vakuumpumpe, so nennt man das durch die Fläche des Saugstutzens strömende (also abgesaugte) Gasvolumen pro Zeit (also die Volumenstromstärke am Saugstutzen) das *Saugvermögen S* der betreffenden Pumpe.

Tab. 2 Umrechnungstabelle für Saugvermögen (cfm: cubic feet per minute). Beispiele: $1 \text{ m}^3/\text{h} = 0,278 \text{ L/s}$; $1 \text{ L/s} = 3,6 \text{ m}^3/\text{h}$; $1 \text{ cfm} = 0,471 \text{ L/s}$

entspricht →	m^3/h	L/h	m^3/s	L/min	cfm
m^3/h	1	0,278	$2,78 \cdot 10^{-4}$	16,68	0,589
L/h	3,6	1	1000	60	2,12
m^3/s	3600	1000	1	60.000	2120
L/min	0,06	0,0167	$1,67 \cdot 10^{-5}$	1	0,0353
cfm	1,7	0,471	$4,71 \cdot 10^{-4}$	28,3	1

$$S := \dot{V}_{\text{Saugstutzen}} = q_{V,\text{Saugstutzen}} \quad [S] = \frac{\text{m}^3}{\text{s}} = 1000 \frac{\text{L}}{\text{s}} = 3600 \frac{\text{m}^3}{\text{h}} \quad (19)$$

Eine Umrechnungstabelle für oft in Katalogen verwendete Einheiten des Saugvermögens ist in Tab. 2 angegeben.

Die pV -Stromstärke am Saugstutzen der Pumpe nennt man *Saugeleistung* \dot{Q} der Pumpe.

$$\dot{Q} = q_{pV,\text{Saugstutzen}} \quad [\dot{Q}] = \frac{\text{Pa} \cdot \text{m}^3}{\text{s}} = \text{W} = 10 \frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} \quad (20)$$

Aus den beiden Gleichungen ergibt sich folgender Zusammenhang zwischen Saugvermögen und Saugleistung einer Vakuumpumpe (p ist der Druck am Einlassstutzen):

$$\dot{Q} = q_{pV,\text{Saugstutzen}} = p \cdot S \quad (21)$$

Bei vielen Vakuumpumpen ist das Saugvermögen S (nahezu) unabhängig vom Druck. Dann ist die Saugleistung \dot{Q} gemäß Gl. 21 proportional zum Druck. Insbesondere ist bei kleinen Drücken die Saugleistung gering. Dieses Verhalten ist verständlich, da bei niedrigen Drücken in einem Volumenelement weniger Gasteilchen (und damit auch weniger Masse) vorhanden sind. Abb. 3 zeigt das druckunabhängige Saugvermögen S (oben) und die druckproportionale Saugleistung \dot{Q} (unten) einer Pumpe mit dem druckunabhängigen Saugvermögen als Funktion des Einlassdrucks.

Beispiel 3

Eine mechanische Verdrängerpumpe hat ein Saugvermögen $S = 360 \text{ m}^3/\text{h} = 100 \text{ L/s}$ und fördert Luft von 20°C bei einem Druck am Ansaugstutzen $p = 10 \text{ mbar}$. Hierfür errechnet man:

$$pV\text{-Durchfluss } q_{pV} = p \cdot S = 10 \text{ mbar} \cdot 100 \frac{\text{L}}{\text{s}} = 1000 \frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} \quad (22)$$

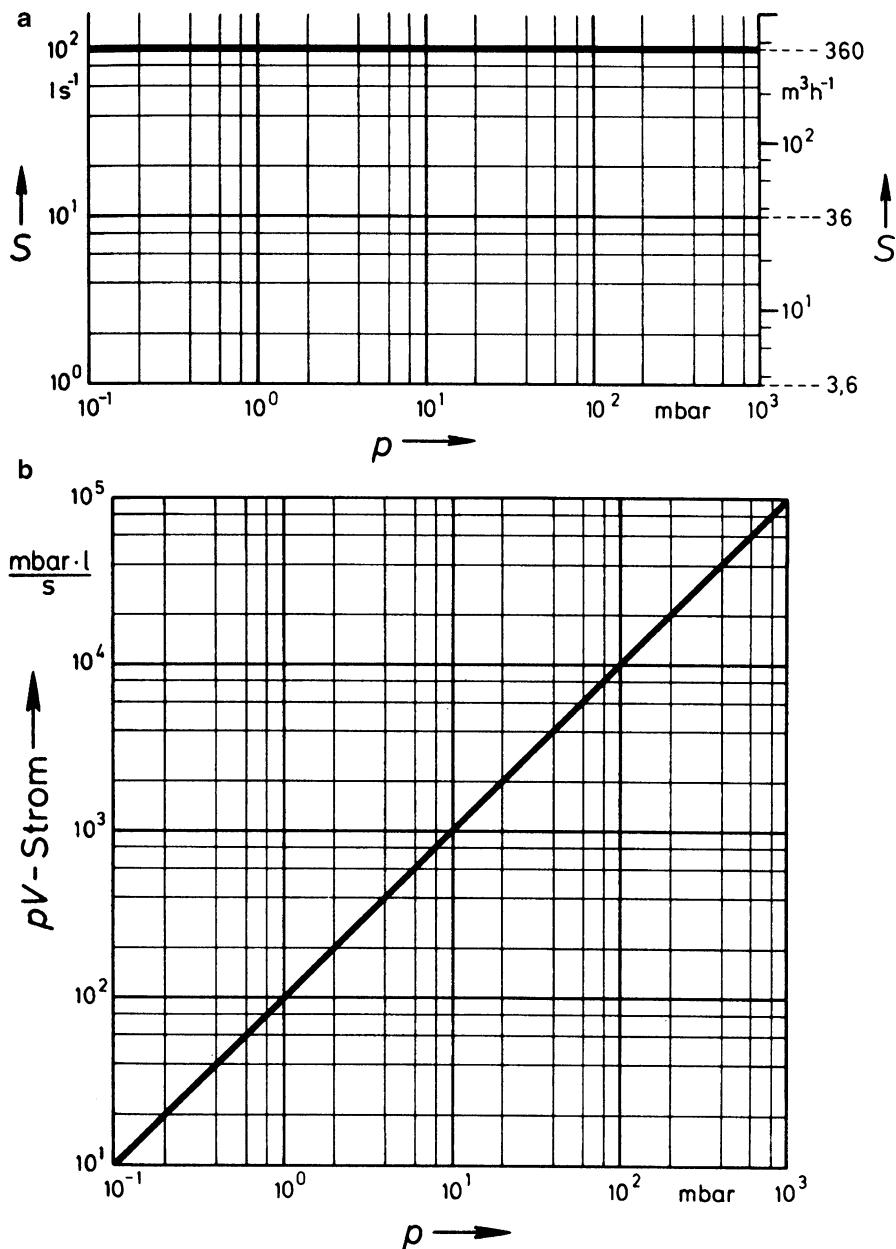


Abb. 3 Saugvermögen (oben) und Saugleistung (unten) einer Pumpe mit dem druckunabhängigen Saugvermögen $S = 100 \text{ L/s}$ als Funktion des Einlassdrucks

$$\text{Saugleistung } \dot{Q} = q_{pV} = 1000 \frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} = 100 \frac{\text{Pa} \cdot \text{m}^3}{\text{s}} = 100 \text{ W} \quad (23)$$

$$\begin{aligned} \text{Massenstromstärke } q_m &= \frac{q_{pV}}{R_s \cdot T} = \frac{q_{pV} \cdot M}{R \cdot T} = \frac{100 \text{ W} \cdot 0,029 \text{ kg} \cdot \text{mol}^{-1}}{8,3 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 293 \text{ K}} \\ &= 0,0012 \frac{\text{kg}}{\text{s}} \end{aligned} \quad (24)$$

1.2 Effektives Saugvermögen einer Vakuumpumpe

Wir betrachten eine gasfördernde Vakuumpumpe, die einen Kessel über eine Verbindungsleitung pumpt (Abb. 4), und wollen untersuchen, welchen Einfluss die Verbindungsleitung auf den Pumpvorgang hat.

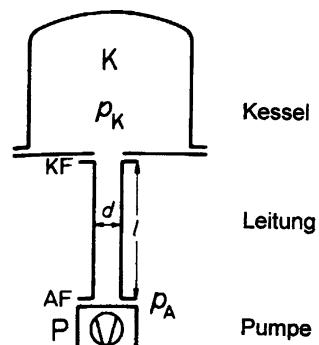
Im (quasi-)stationären Fall ist der Gasstrom (z. B. angegeben als Teilchenstrom) konstant, d. h., die Teilchenströme am Eingang und am Ausgang der Pumpe sind gleich. Die Temperatur des Gases kann sich durch die Strömung in der Verbindungsleitung (Expansion) und den anschließenden Pumpvorgang (Kompression) ändern, jedoch führt ein Wärmeaustausch mit der Umgebung dazu, dass die Temperaturänderungen moderat bleiben. Näherungsweise kann die Gastemperatur als konstant angenommen werden und dann bleibt auch der pV -Durchfluss q_{pV} konstant.

Am Eingang der Verbindungsleitung (Kesselflansch KF) herrsche der Druck p_K und am Ausgang der Verbindungsleitung (Ansaugflansch AF der Pumpe) der Druck p_A . Unter Annahme gleichbleibender pV -Stromstärke ergibt sich:

$$q_{pV} = p_K \cdot \dot{V}_K = p_A \cdot \dot{V}_A \quad (25)$$

Der Volumenstrom am Ansaugstutzen der Pumpe ist gerade das Saugvermögen der Pumpe, also $V_A = S$, der Volumenstrom am Kammerflansch ist das zur Evakuierung der

Abb. 4 Pumpleitung zwischen Vakuumkessel (Druck p_K am Kesselflansch KF) und Pumpe (Druck p_A am Ansaugflansch AF)



Kammer zur Verfügung stehende, wirksame (effektive) Saugvermögen, also $V_k = S_{\text{eff}}$. Mit diesen Begriffen kann Gl. 25 umgeschrieben werden zu:

$$S_{\text{eff}} = \frac{p_A}{p_K} \cdot S < S \quad (26)$$

Das effektive Saugvermögen S_{eff} ist kleiner als das Pumpensaugvermögen S , weil zur Aufrechterhaltung der Strömung durch die Leitung $p_K > p_A$ sein muss. Die Saugleistung allerdings ist wegen der Kontinuitätsbedingung am Eingang und am Ausgang der Leitung die gleiche.

Mit dem Strömungsleitwert C der Pumpleitung

$$C = \frac{q_{pV}}{\Delta p} = \frac{q_{pV}}{p_K - p_A} = \frac{p_A S}{p_K - p_A} = \frac{p_A S_{\text{eff}}}{p_K - p_A} \quad (27)$$

erhält man durch Umformen für das Druckverhältnis p_K/p_A :

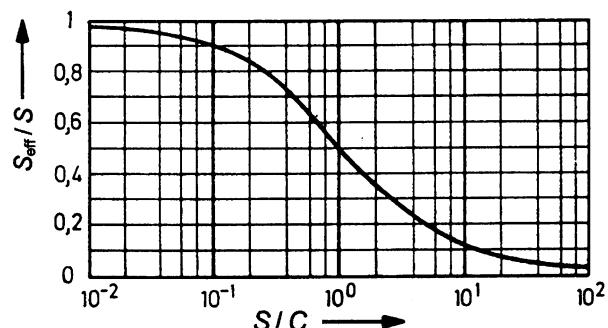
$$\frac{p_K}{p_A} = 1 + \frac{S}{C} \quad (28)$$

Das am Kessel verfügbare effektive Saugvermögen S_{eff} ergibt sich als Serienschaltung von Pumpe (Saugvermögen S) und Leitung (Strömungsleitwert C):

$$\frac{1}{S_{\text{eff}}} = \frac{1}{S} + \frac{1}{C} \quad \text{bzw.} \quad S_{\text{eff}} = \frac{S}{1 + S/C} \quad (29)$$

Abb. 5 zeigt Gl. 29 aufgetragen. Man sieht, dass ein Pumpenwirkungsgrad $S_{\text{eff}}/S = 0,9 = 90\%$ erst erreicht wird, wenn der Leitwert der Leitung etwa 10-mal so groß wie das Saugvermögen der Pumpe ist. Ist der Leitwert gerade genau so groß wie das Saugvermögen, beträgt das effektive Saugvermögen nur 50 % des Pumpensaugvermögens. Ist der Leitwert wesentlich kleiner als das Saugvermögen, dann wird das effektive Saugvermögen praktisch nur noch durch den Leitwert und nicht mehr durch das Saugvermögen der Pumpe bestimmt. Auch durch Einsatz einer

Abb. 5 Abhängigkeit des Pumpenwirkungsgrades S_{eff}/S vom Verhältnis aus Pumpensaugvermögen S und Leitungsleitwert C



beliebig großen Pumpe kann das effektive Saugvermögen dann nicht mehr vergrößert werden. Bei der Auslegung von Anlagen sollte daher der Leitwert der Leitung möglichst groß gewählt werden (kurze Leitung mit großem Querschnitt).

2 Messung von Strömungsleitwerten

2.1 Notwendigkeit der Messung

Strömungsleitwerte von Vakuumbauelementen mit einfacher Bauform lassen sich in bestimmten Strömungsbereichen zuverlässig berechnen (siehe ► Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“ und ► Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“). Bei kompliziert geformten Bauelementen und insbesondere im Übergangsbereich zwischen verschiedenen Strömungsformen kann man Leitwerte nur grob abschätzen. In diesen Fällen ist man auf Messungen angewiesen.

Der Strömungsleitwert eines Bauelements ist definiert durch Gl. 27

$$C = \frac{q_{pV}}{p_1 - p_2}$$

wobei q_{pV} die Stromstärke (pV -Durchfluss) durch das Bauelement und $p_1 - p_2$ die Druckdifferenz zwischen dessen Enden bezeichnet. In der Vakuumtechnik spielt der Einbau des Bauelements eine entscheidende Rolle, da es im gesamten Bereich von molekularer bis viskoser Strömung Einströmungseffekte gibt. Man unterscheidet daher zwischen *charakteristischem* und *reduziertem* Leitwert. Der charakteristische Leitwert ergibt sich, wenn das Bauelement zwischen zwei großen Kesseln montiert ist, so dass das Gas vom Kessel in das Bauelement einströmen muss. Dagegen ergibt sich der reduzierte Leitwert, wenn das Bauelement in eine Rohrleitung eingefügt ist, die gleichen Querschnitt wie das Bauelement hat.

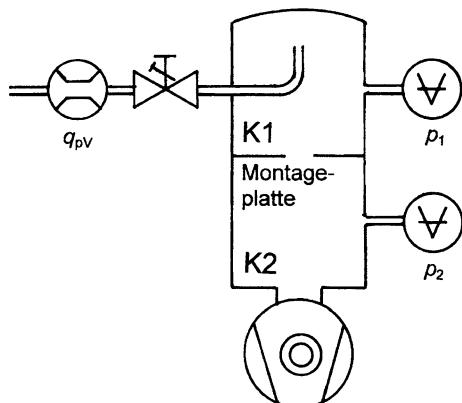
Im Bereich molekularer Strömung kann man die Einströmungseffekte bei Leitungen näherungsweise als Hintereinanderschaltung einer Blende und eines langen Rohres darstellen. Der charakteristische Strömungsleitwert C_{chr} ergibt sich aus dem Leitwert C_B der Blende (beschreibt den Einströmungseffekt) und dem reduzierten Leitwert C_{red} des langen Rohrs (reine Rohrströmung):

$$\frac{1}{C_{\text{chr}}} \approx \frac{1}{C_B} + \frac{1}{C_{\text{red}}} \quad (30)$$

2.2 Messung des charakteristischen Leitwerts (Eigenleitwert)

Zur Messung des charakteristischen Leitwerts muss das zu vermessende Bauteil zwischen zwei große Kessel eingefügt werden. Es wird dann ein bekannter Gasstrom q_{pV} eingespeist und die Druckdifferenz zwischen beiden Kesseln gemessen.

Abb. 6 Messaufbau zur Bestimmung des charakteristischen Strömungsleitwerts eines Bauelements



Die in der Literatur beschriebenen Aufbauten zur Messung des charakteristischen Leitwerts sind recht unterschiedlich. Eine direkte Montage des zu vermessende Bauelements zwischen zwei Kesseln würde bei jedem einzelnen Bauteil aufwändige Schweißarbeiten erfordern. Eine Montage des Bauelements über Anschlussstutzen an den Kesseln führt zur Störung der Strömung durch die Stutzen. Günstiger ist es, das zu vermessende Bauelement einseitig an einer Montageplatte zu befestigen, die dann in einen geteilten Messdom eingebaut wird, wie er in ähnlicher Form zur Saugvermögensmessung an Ultrahochvakuumumpumpen verwendet wird (DIN 28428, DIN 28429, ISO 21360-1) (Abb. 6).

Das Gas strömt über einen Durchflussmesser (z. B. thermoelektrischer Durchflussmesser) und ein Einlassrohr gegen den Deckel des oberen Kessels K1, so dass sich in diesem eine praktisch isotrope Verteilung der Teilchengeschwindigkeiten ausbildet. In der Mitte des Messdoms befindet sich eine (auswechselbare) Montageplatte, an der die zu untersuchenden Bauelemente vakuumdicht eingesetzt werden. Der untere Kessel K2 wird von einer Turbomolekularpumpe gepumpt. Die Drücke in beiden Kesseln werden gemessen. Mit kalibrierten Messgeräten (Gasreibungs-vakuummeter, Membranvakuummeter) können die Unsicherheiten unter 1 % gehalten werden. Die systematische Unsicherheit der Leitwertmessung hängt davon ab, wie groß die tatsächliche Öffnung des Bauteils im Vergleich zur Innenfläche des Kessels ist. Man kann eine derartige Messeinrichtung überprüfen, indem man die Leitwerte einfacher Bauelemente (z. B. Kreisrohr bestimmter Länge) misst, die theoretisch gut berechenbar sind.

Das Messen von Leitwerten größerer Bauelemente im molekularen Strömungsbereich (z. B. von Ventilen mit Anschlussflanschen von 100 mm Durchmesser und mehr) erfordert Messdome mit erheblichen Abmessungen und führt damit zu einem unwirtschaftlichen Messverfahren. Diese Schwierigkeit lässt sich dadurch umgehen, dass man den Leitwert an einem maßstäblich verkleinerten Bauelement durchführt. Bei Molekularströmung skaliert der Leitwert C eines Bauelements mit der Querschnittsfläche der Leitung, da die Durchlaufwahrscheinlichkeit P des maßstäblichen Modells die gleiche ist wie die des Originals.

2.3 Berechnung des reduzierten Leitwerts (Einbauleitwert)

Ventile sind wichtige, unvermeidliche Bauelemente in Vakuumanlagen. Die Kenntnis ihres genauen Leitwerts als Funktion des Drucks ist daher für die Anlagenauslegung von besonderer Bedeutung. Bei Ventilen in der Bauform von Kugelhähnen oder Zugschiebern kann man das geöffnete Ventil ersatzweise durch ein Rohrstück beschreiben. Dagegen ist man bei Ventilen mit komplizierter Geometrie (Form des Ventilgehäuses, Gehäuseeinbauten durch Ventilantrieb, schlitzförmige Öffnung zwischen Dichtplatte und Gehäuse) auf eine Messung des Leitwerts angewiesen. Da Ventile meist in eine Leitung oder an Flanschen angebaut sind, ist die relevante Größe der Einbauleitwert (reduzierter Leitwert).

Beispiel 4

Als Beispiel sei ein kommerzielles Eckventil der Nennweite 40 (tatsächlicher Durchmesser 41 mm) betrachtet. Mit der in Abb. 6 beschriebenen Apparatur wurde bei Umgebungsluft ein charakteristischer Leitwert von 28 L/s im molekularen Bereich gemessen. Der Leitwert einer Blende mit dem Rohrdurchmesser beträgt 153 L/s. Durch Anwendung der Gl. 30 erhält man für den reduzierten Leitwert (Einbauleitwert)

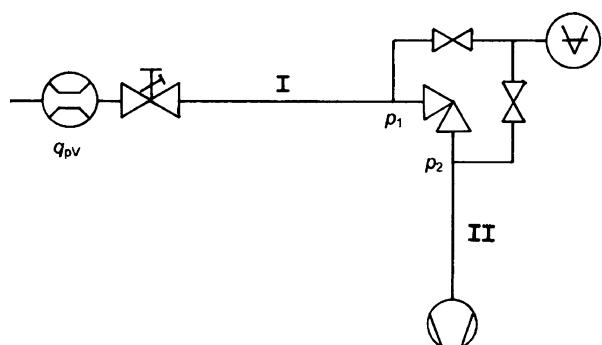
$$\frac{1}{C_{\text{red}}} \approx \frac{1}{C_{\text{chr}}} - \frac{1}{C_B} = \frac{1}{28 \text{ L/s}} - \frac{1}{153 \text{ L/s}} = \frac{1}{34 \text{ L/s}} \quad (31)$$

Dieser Wert stimmt gut mit dem direkt gemessenen reduzierten Leitwert des Ventils von 32 L/s überein.

2.4 Messung des reduzierten Leitwerts

Zur Messung des reduzierten Leitwerts von Bauelementen im gesamten Strömungsbereich eignet sich die in Abb. 7 dargestellte Apparatur.

Abb. 7 Aufbau zur Messung des reduzierten Strömungsleitwerts von Vakuum-Bauelementen (hier: Eckventil zwischen I und II) in allen Strömungsbereichen



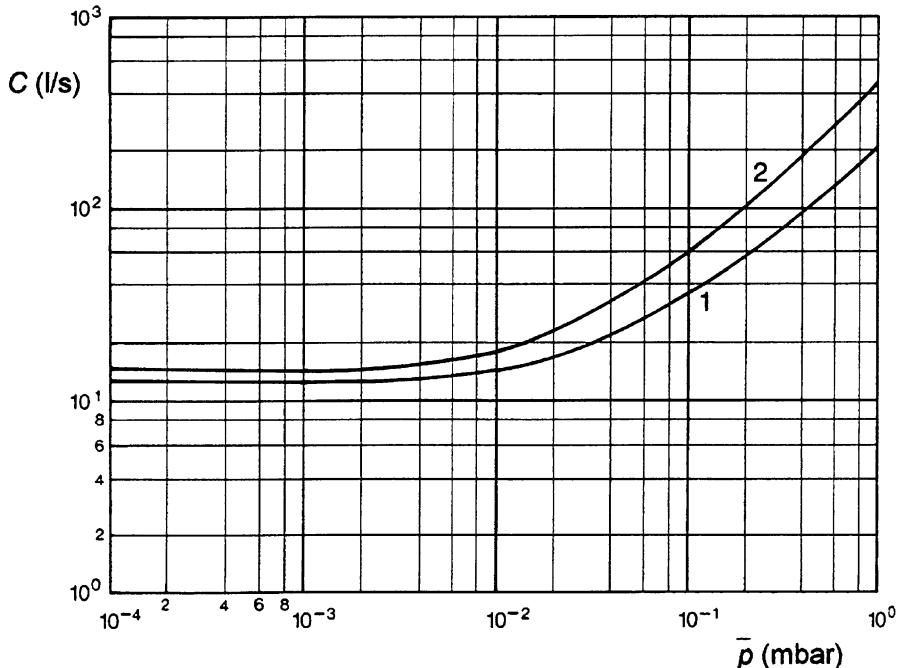


Abb. 8 Reduzierter (Einbau-)Leitwert eines Eckventils der Nennweite 25 (Länge der geknickten Achse 100 mm). Kurve 1 zeigt die Messwerte am Eckventil, Kurve 2 den nach Gl. 30 und 32, Gl. 33 berechneten Leitwert für ein Rohr gleicher Achslänge

Das zur Messung verwendete Gas strömt durch einen Durchflussmesser (pV -Durchfluss) in die Apparatur, der Gasstrom kann mit dem nachgeschalteten Drosselventil eingestellt werden. Die folgende Messstrecke I dient zur Beruhigung der Gasströmung (Einlaufeffekte) und besteht aus einem Rohr, dessen Nennweite gleich der des Messobjekts ist. Das Messobjekt ist hier ein Eckventil. Die Messung der Drücke p_1 und p_2 vor und hinter dem Messobjekt erfolgt hier mit einem einzigen Vakuummessgerät, das über Ventile abwechselnd mit den beiden Messstellen verbunden werden kann. Neben dem Vorteil, ein Messgerät einzusparen, hat dies den weiteren Vorteil, dass keine Messdifferenzen zwischen den Geräten berücksichtigt werden müssen.

Beispielhaft ist in Abb. 8 eine Messkurve für den reduzierten Leitwert eines Eckventils der Nennweite DN 25 als Funktion des mittleren Drucks $\bar{p} = \frac{1}{2} \cdot (p_1 + p_2)$ aufgetragen.

Das Eckventil hat eine Länge der geknickten Achse von 100 mm. Zum Vergleich ist in die Abbildung der reduzierte Leitwert für eine Leitung mit 100 mm Länge, berechnet nach einer alten Formel von Knudsen

$$C_{\text{red}} = \frac{\pi}{12} \cdot \left(\frac{3}{32} \cdot \frac{\bar{p}d}{\eta c} + Z \right) \cdot \frac{d^3}{l} \cdot \bar{c} \quad (32)$$

mit

$$Z = \frac{1 + \frac{1,28}{Kn}}{1 + \frac{1,58}{Kn}} \quad (33)$$

eingetragen. Es zeigt sich, dass die experimentelle Kurve insgesamt deutlich unter der berechneten liegt, was durch eine Querschnittsverjüngung im Innern des Ventils bedingt ist.



Viskose Strömung verdünnter Gase

7

Karl Jousten

Zusammenfassung

Mit Hilfe der Erhaltungssätze für Masse, Impuls und Energie werden die Grundgleichungen der viskosen Gasströmung abgeleitet. Bei kurzen Strömungselementen kann die Reibung und der Wärmeaustausch vernachlässigt werden, bei langen Elementen dominiert sie. Über einer bestimmten Druckdifferenz an einem Strömungselement wird der Durchfluß unabhängig von der Druckdifferenz: verblockte Strömung. Die Gleichungen für diesen Fall geben den maximalen Durchfluss an.

1 Reibungsfreie viskose Strömung, Gasdynamik

1.1 Erhaltungssätze

Wir wollen nun viskose Strömung von Gas durch eine Leitung betrachten. Der Einfachheit halber soll die Strömung stationär (zeitlich konstant) sein. Im stationären Fall bleibt der Massenstrom, also die Masse, die pro Zeit durch eine Querschnittsfläche der Leitung strömt, entlang des Weges konstant. Hieraus ergibt sich eine Beziehung zwischen Querschnittsfläche A sowie Dichte ρ und Strömungsgeschwindigkeit v des Gases:

$$q_m = \frac{dm}{dt} = \rho \cdot v \cdot A = \text{const.} \quad \text{Erhaltung der Masse} \quad (1)$$

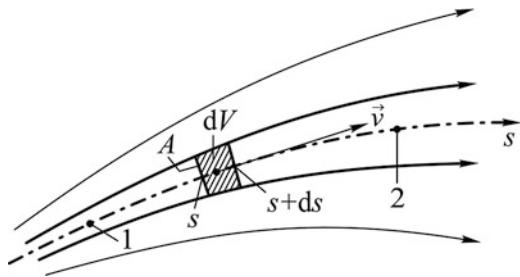
Bei einem kurzen Leitungsstück kann häufig die Wechselwirkung des Gases mit der Wand vernachlässigt werden. Das bedeutet, es findet kein Impulaustausch durch

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

Abb. 1 Strömungsfeld mit Stromfaden



Reibung und kein Energieaustausch durch Wärmeübertragung statt. Unter dieser Annahme gelten weitere Erhaltungssätze. Um diese abzuleiten, betrachten wir ein kleines Massenelement $dm = \rho \cdot dV$ (Stirnfläche A , Länge ds) und untersuchen seine Bewegung entlang der Strömungsrichtung s (Abb. 1).

Ändert sich der statische Druck entlang des Weges, so kompensieren sich die Kräfte auf die beiden Stirnflächen des Volumenelements nicht mehr und es entsteht eine bremsende oder beschleunigende Kraft auf das Massenelement. Dieser Kraft wirkt die Trägheitskraft des Massenelements entgegen. Bei Vernachlässigung der Reibungskräfte ergibt sich somit:

$$dm \cdot \frac{dv}{dt} + dp \cdot A = 0 \quad (2)$$

Man kann nun dm und dp einsetzen und erhält:

$$\rho \cdot A \cdot ds \cdot \frac{dv}{dt} + \frac{dp}{ds} \cdot ds \cdot A = 0 \quad (3)$$

Division durch $\rho \cdot A \cdot ds$ und Integration entlang des Weges von Stelle 1 bis Stelle 2 liefert:

$$\int_1^2 \frac{dv}{dt} \cdot ds + \int_1^2 \frac{1}{\rho} \cdot \frac{dp}{ds} \cdot ds = 0 \quad (4)$$

Ausrechnen der Integrale ergibt schließlich:

$$\frac{1}{2} (v_2^2 - v_1^2) + \int_1^2 \frac{dp}{\rho} = 0 \quad \text{Erhaltung des Impulses} \quad (5)$$

Das ist die *Bernoulli'sche Gleichung* für Gase. Sie beschreibt den Zusammenhang zwischen statischem Druck und Strömungsgeschwindigkeit entlang der Bahn. Fällt beispielsweise der Druck ab, so wird das Gas schneller, die Geschwindigkeit nimmt zu.

Wenn wir den Energieaustausch mit der Wand vernachlässigen, bleibt die Gesamtenergie des strömenden Massenelements konstant. Diese besteht aus drei Anteilen: Druckenergie ($p \cdot dV$), kinetische Energie (Bewegung mit Strömungsgeschwindigkeit) und thermische Energie (ungeordnete Teilchenbewegung):

$$\frac{p \cdot dm}{\rho} + \frac{1}{2} \cdot dm \cdot v^2 + c_V \cdot dm \cdot T = \text{const} \quad (6)$$

Da die Masse sich nicht ändert, kann man diese weglassen und erhält:

$$\frac{p}{\rho} + \frac{1}{2} \cdot v^2 + c_V \cdot T = \text{const} \quad \text{Erhaltung der Energie} \quad (7)$$

Die drei Erhaltungssätze von Masse, Impuls und Energie legen das Strömungsverhalten noch nicht eindeutig fest. Im Folgenden wollen wir zwei Fälle betrachten:

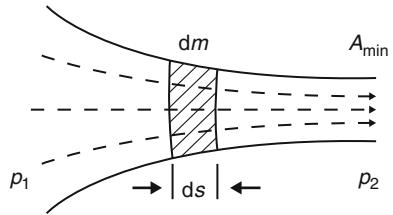
1. **Fall:** Der Querschnitt A der Leitung ändert sich allmählich entlang der Bahn. Das strömende Gas passt sich dieser Änderung an. Die Größen Dichte, Strömungsgeschwindigkeit, Druck und Temperatur ändern sich allmählich, wobei kein Energieaustausch eines Massenelements mit seiner Umgebung stattfindet. Es handelt sich um eine *isentrope* Zustandsänderung. Dieser Fall wird in Abschn. 1.2 diskutiert.
2. **Fall:** Liegt Überschallströmung vor, so kann sich die Strömung abrupt an einer Stelle (Stoßfläche) ändern. Die Größen Dichte, Strömungsgeschwindigkeit, Druck und Temperatur ändern sich abrupt. Da an der Stoßfläche die Querschnittsfläche konstant bleibt, muss wegen der Massenerhaltung (Gl. 1) die Massenstromdichte $j_m = \rho \cdot v$ konstant bleiben. Dieser Fall wird in den Abschn. 1.6 und 1.7 diskutiert.

1.2 Allmähliche Querschnittsänderung: isentrope Zustandsänderung

Wir betrachten die Strömung eines Massenelements in einem Rohr, wobei an der Wand kein Energieaustausch und keine Reibung auftreten soll. Die Querschnittsfläche A des Massenelements $dm = \rho \cdot A \cdot ds$ sei gleich der Querschnittsfläche der Leitung. Nimmt die Querschnittsfläche entlang der Strömungsrichtung allmählich zu oder ab, so kommt es zu einer entsprechenden Zunahme (Expansion) oder Abnahme (Kompression) des Gasvolumens (Abb. 2).

Eine Volumenänderung ist bei einem Gas mit einer Temperaturänderung verknüpft. Ohne Wärmeaustausch des Massenelements mit seiner Umgebung bleibt seine Entropie entlang des Weges konstant, man nennt dieses Verhalten *isentrop* oder *adiabatisch*. Hierfür werden in der Thermodynamik folgende Beziehungen zwischen Druck, Volumen, Temperatur und Dichte hergeleitet (*Poisson-Gleichungen*):

Abb. 2 Strömung durch ein Rohr mit Änderung des Querschnitts (Düse)



$$\frac{p_2}{p_1} = \left(\frac{V_2}{V_1} \right)^{-\kappa} = \left(\frac{T_2}{T_1} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}} = \left(\frac{\rho_2}{\rho_1} \right)^\kappa \quad (8)$$

Hier ist κ der Isentropenexponent (siehe auch ► Abschn. 3 in Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“), also das Verhältnis der Wärmekapazitäten bei konstantem Druck und konstantem Volumen. Dieser hat folgende Werte

$\kappa = \frac{5}{3} \approx 1,667$ bei einatomaren Gasen (Edelgase, Metalldämpfe wie Hg)

$\kappa = \frac{7}{5} \approx 1,400$ bei zweiatomaren Gasen (z. B. Stickstoff)

$\kappa = \frac{4}{3} \approx 1333$ bei nicht-geradlinigen dreiatomaren Molekülen (z. B. Wasserdampf)

$\kappa \approx 1,1$ bei komplizierteren Molekülen (z. B. Öldämpfe)

Setzt man nun die Dichte-Druck-Beziehung Gl. 8 für die isentrope Zustandsänderung in die Gl. 5 ein, so lässt sich die Integration durchführen und man erhält als Ergebnis:

$$v_2^2 - v_1^2 = \frac{p_1}{\rho_1} \cdot \frac{2 \cdot \kappa}{\kappa - 1} \cdot \left[1 - \left(\frac{p_2}{p_1} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}} \right] = \frac{\pi}{4} \cdot \bar{c}_1^2 \cdot \frac{\kappa}{\kappa - 1} \cdot \left[1 - \left(\frac{p_2}{p_1} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}} \right] \quad (9)$$

Wir wollen nun annehmen, dass das Gas von einem Behälter, in dem es sich nahezu in Ruhe befindet, in eine Leitung einströmt. Damit ist im Anfangszustand die Geschwindigkeit vernachlässigbar ($v_1 = 0$) und es ergibt sich:

$$v_2 = \sqrt{\frac{p_1}{\rho_1} \cdot \frac{2 \cdot \kappa}{\kappa - 1} \cdot \left[1 - \left(\frac{p_2}{p_1} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}} \right]} = \bar{c}_1 \cdot \sqrt{\frac{\pi}{4} \cdot \frac{\kappa}{\kappa - 1} \cdot \left[1 - \left(\frac{p_2}{p_1} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}} \right]} \quad (10)$$

Diese Beziehung beschreibt, wie die Geschwindigkeit entlang des Weges vom anfänglichen Wert null auf den Wert v_2 zunimmt, während gleichzeitig der Druck vom anfänglichen Wert p_1 auf den Wert p_2 abnimmt (Abb. 3). Ebenfalls nimmt die Temperatur ab.

Im Extremfall ist der Druck am Leitungsende (nahezu) Null, also $p_2 = 0$. In diesem Fall erreicht die Strömungsgeschwindigkeit v_2 den größtmöglichen, maximalen Wert

$$v_{2,\max} = \sqrt{\frac{p_1}{\rho_1} \cdot \frac{2 \cdot \kappa}{\kappa - 1}} = \bar{c}_1 \cdot \sqrt{\frac{\pi}{4} \cdot \frac{\kappa}{\kappa - 1}} \quad (11)$$

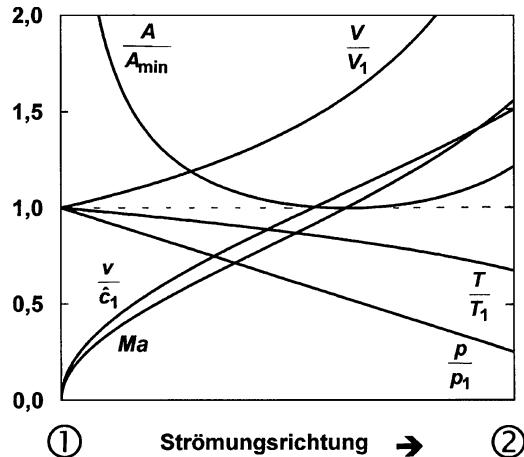


Abb. 3 Veränderung verschiedener Zustandsgrößen bei gasdynamischer Strömung eines Gases mit Isentropenexponent $\kappa = 1,4$ aus einer Behälteröffnung in eine Düse entlang des Weges von der Öffnung 1 (unendliche Querschnittsfläche) bis zur Stelle 2. Die allmähliche Abnahme der Querschnittsfläche entlang des Weges wurde so gewählt, dass der Druck linear abfällt vom Wert p_1 an der Stelle 1 auf den Wert $p_2 = 1/4 p_1$ an der Stelle 2. A : Querschnittsfläche; V : Volumen eines Massenelements; v : Strömungsgeschwindigkeit; T : Temperatur; p : Druck; Ma : Machzahl

Der Massenstrom ist bei stationärer Strömung entlang des Weges konstant (Gl. 1). Man kann nun die Massenstromdichte j_m , also das Verhältnis aus Massenstrom q_m und Querschnittsfläche A berechnen und mit Hilfe von Gl. 2 umformen:

$$j_m = \frac{q_m}{A} = - \frac{dp_2}{dv_2} = - \frac{1}{dv_2/dp_2} \quad (12)$$

Die Größe dv_2/dp_2 lässt sich durch Ableiten von Gl. 10 gewinnen. Man erhält auf diese Weise:

$$j_m = p_1 \cdot \sqrt{2 \cdot \frac{\rho_1}{p_1} \cdot \Psi\left(\frac{p_2}{p_1}\right)} = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{p_1}{c_1} \cdot \Psi\left(\frac{p_2}{p_1}\right) \quad (13)$$

In dieser Gleichung wurde die dimensionslose, nur vom Verhältnis der Drücke am Ausgang und Eingang der Leitung abhängige *Ausflussfunktion* Ψ eingeführt (Abb. 4):

$$\Psi\left(\frac{p_2}{p_1}\right) = \sqrt{\frac{\kappa}{\kappa - 1} \cdot \left[\left(\frac{p_2}{p_1}\right)^{\frac{2}{\kappa}} - \left(\frac{p_2}{p_1}\right)^{\frac{1+\kappa}{\kappa}} \right]} \quad (14)$$

Nach Gl. 13 und 14 hängt die Massenstromdichte nur vom Eingangsdruck p_1 , von dem Verhältnis der Drücke am Ein- und Ausgang sowie von der Teilchenge-

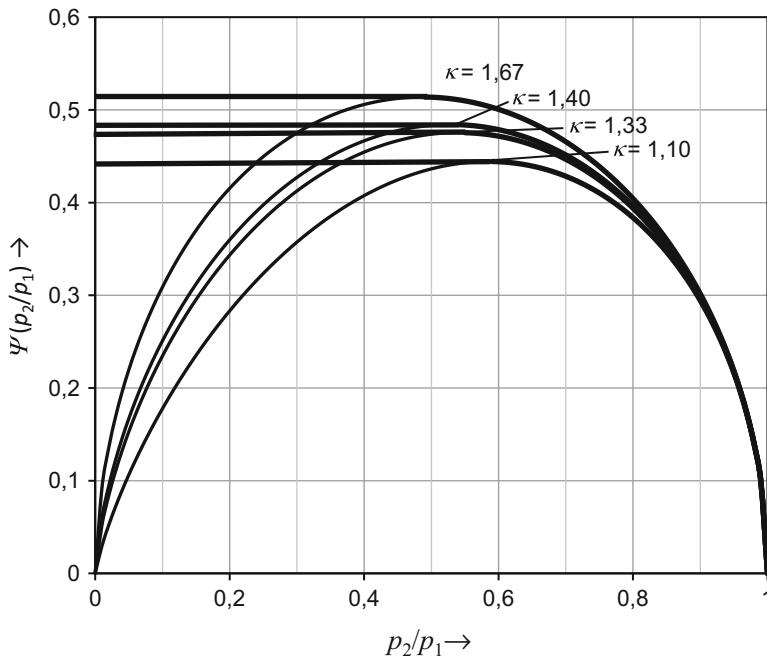


Abb. 4 Ausflussfunktion (Gl. 14) bei gasdynamischer Strömung. Die dünner gezeichneten Linien links vom Maximum entsprechen keinem physikalischen Gasfluss, stattdessen gelten die vom Maximum fortgesetzten, vom Druck p_2 unabhängigen Linien

schwindigkeit \bar{c}_1 (bei Eintrittstemperatur) und dem Isentropenexponenten κ des Gases ab.

1.3 Kritische Strömung

Wir betrachten – wie im vorigen Abschnitt – die Strömung von Gas aus einem Kessel in eine Leitung mit sich verjüngendem Querschnitt. Im Kessel (am Leitungseingang) herrscht der Druck p_1 und die Geschwindigkeit ist Null, $v_1 = 0$. Nach einer Strecke (am Leitungsende) herrscht der Druck p_2 .

Variiert man den Ausgangsdruck p_2 , während sonstige Bedingungen (insbesondere der Eingangsdruck p_1) konstant gehalten werden, so folgt aus Gl. 13, dass der Massenstrom des Gases proportional zur Ausflussfunktion Ψ (Gl. 14, Abb. 4) ist. Damit ergibt sich folgendes Verhalten für die verschiedenen Bereiche des Ausgangsdrucks:

1. Ist der Ausgangsdruck p_2 gleich dem Eingangsdruck p_1 , so ist der Gasstrom Null.
2. Wird der Ausgangsdruck gegenüber dem Eingangsdruck abgesenkt ($p_2/p_1 = 1$ bis 0,6), so nimmt der Gasstrom zu.

3. Wird der Ausgangsdruck gegenüber dem Eingangsdruck weiter abgesenkt (je nach Gasart $p_2/p_1 \approx 0,6$ bis $0,5$), so erreicht der Massenstrom des Gases ein Maximum.
4. Wird der Ausgangsdruck noch weiter abgesenkt, nimmt der Gasstrom nicht zu, sondern gemäß der Ausflussfunktion Ψ sogar wieder ab.

Die Ausbildung eines Maximums des Massenstroms lässt sich anschaulich erklären. Im Bereich 2 ($p_2/p_1 = 1 - 0,6$) nimmt mit kleiner werdendem Ausgangsdruck p_2 die Strömungsgeschwindigkeit und damit der Massenstrom zu. Mit kleiner werdendem Ausgangsdruck nimmt aber auch das Volumen einer Gasmenge zu. Strebt der Ausgangsdruck gegen den Grenzwert Null, so strebt das Volumen gegen Unendlich. Die Strömungsgeschwindigkeit strebt jedoch gegen einen endlichen Wert. Damit strebt bei kleinem Ausgangsdruck der Massenstrom gegen Null (Bereich 4). Zwischen den Bereichen 2 und 4 gibt es das Maximum. Der Bereich 4 wird im Abschn. 1.8 detailliert diskutiert. Im Folgenden wird das Maximum im Bereich 3 behandelt.

Der Punkt, bei dem der Massenstrom maximal wird, heißt *kritischer Punkt*, die Werte bei diesem Punkt nennt man auch kritische Werte und kennzeichnet diese durch den Index *. Am kritischen Punkt gelten folgende Werte:

$$\frac{p^*}{p_1} = \left(\frac{2}{\kappa + 1} \right)^{\frac{1}{\kappa-1}} \text{Druckverhältnis} \quad (15)$$

$$\Psi\left(\frac{p^*}{p_1}\right) = \sqrt{\frac{\kappa}{2} \cdot \left(\frac{2}{\kappa + 1} \right)^{\frac{\kappa+1}{\kappa-1}}} \text{Ausflussfunktion} \quad (16)$$

$$\frac{T^*}{T_1} = \frac{2}{\kappa + 1} \text{Temperaturverhältnis} \quad (17)$$

$$\frac{\rho^*}{\rho_1} = \left(\frac{2}{\kappa + 1} \right)^{\frac{1}{\kappa-1}} \text{Dichteverhältnis} \quad (18)$$

$$\begin{aligned} v^* &= \sqrt{\frac{p_1}{\rho_1} \cdot \frac{2 \cdot \kappa}{\kappa + 1}} = \bar{c}_1 \cdot \sqrt{\frac{\pi}{4} \cdot \frac{\kappa}{\kappa + 1}} \\ &= \sqrt{R_s \cdot T_1 \cdot \frac{2 \cdot \kappa}{\kappa + 1}} \text{Strömungsgeschwindigkeit} \end{aligned} \quad (19)$$

Hieraus folgt für die Massenstromdichte im kritischen Punkt:

$$\begin{aligned} j_m^* &= \rho^* \cdot v^* = \rho_1 \cdot \left(\frac{2}{\kappa + 1} \right)^{\frac{1}{\kappa-1}} \cdot \sqrt{\frac{p_1}{\rho_1} \cdot \frac{2 \cdot \kappa}{\kappa + 1}} \\ &= \frac{p_1}{\bar{c}_1} \cdot \left(\frac{2}{\kappa + 1} \right)^{\frac{1}{\kappa-1}} \cdot \sqrt{\frac{16}{\pi} \cdot \frac{\kappa}{\kappa + 1}} \end{aligned} \quad (20)$$

Eine weitere wichtige Größe der Gasdynamik ist die *Schallgeschwindigkeit* a . Für ein ideales Gas mit temperaturunabhängiger Wärmekapazität gilt allgemein die Beziehung:

$$a = \sqrt{\frac{p}{\rho} \cdot \kappa} = \bar{c} \cdot \sqrt{\frac{\pi}{8} \cdot \kappa} = \sqrt{\kappa \cdot R_s \cdot T} \quad \text{Schallgeschwindigkeit} \quad (21)$$

Da sich bei der Expansion das Gas abkühlt, nimmt die Schallgeschwindigkeit ab. Setzt man in Gl. 21 die Temperatur am kritischen Punkt ein (Gl. 17), so erhält man die lokale Schallgeschwindigkeit am kritischen Punkt:

$$a^* = \sqrt{\kappa \cdot R_s \cdot T^*} = \sqrt{\kappa \cdot R_s \cdot \frac{2 \cdot T_1}{\kappa + 1}} \quad (22)$$

Ein Vergleich von Strömungsgeschwindigkeit (Gl. 19) und Schallgeschwindigkeit (Gl. 22) zeigt, dass am kritischen Punkt lokale Strömungsgeschwindigkeit und lokale Schallgeschwindigkeit gleich sind.

Zur einfachen Beschreibung der Strömungsgeschwindigkeit kann man die *Machzahl* einführen, die als Verhältnis von lokaler Strömungsgeschwindigkeit (Gl. 10) und lokaler Schallgeschwindigkeit (Gl. 21) definiert ist:

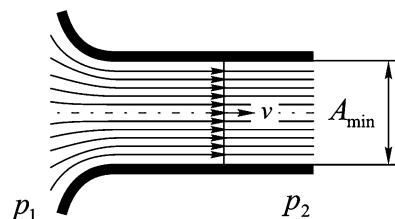
$$\text{Ma} := \frac{v}{a} = \sqrt{\frac{2}{\kappa - 1} \cdot \left[\left(\frac{p}{p_1} \right)^{\frac{1-\kappa}{\kappa}} - 1 \right]} \quad (23)$$

Im Bereich vor der kritischen Stelle ist die Strömungsgeschwindigkeit kleiner als die Schallgeschwindigkeit, also $\text{Ma} < 1$, man nennt das Unterschallströmung. An der kritischen Stelle ist gerade $\text{Ma} = 1$. Im Bereich hinter der kritischen Stelle ist $\text{Ma} > 1$, man nennt das Überschallströmung, siehe auch Abb. 3.

1.4 Verblockung bei kleinem Auslassdruck

Als Anwendungsbeispiel der gasdynamischen Strömung betrachten wir die Strömung durch eine Düse (Abb. 5), bei der die Querschnittsfläche A sich entlang der

Abb. 5 Strömung durch eine Düse



Strömungsrichtung allmählich verjüngt bis zum kleinsten Querschnitt A_{\min} . Die Einlaufzone ist kurz gehalten, um die Wandreibung des Gases, deren Wirkung mit der Länge zunimmt, klein zu halten. Die Reibungsverluste im anschließenden Rohrstück werden ebenfalls vernachlässigt.

Vor der Düse (Stelle gekennzeichnet durch den Index 1) ist die Querschnittsfläche A_1 (nahezu) unendlich groß, das Gas hat hier die Zustandswerte T_1, p_1, v_1 (nahezu) Null. Im Düseneinlauf reduziert sich die Querschnittsfläche auf den Wert A_{\min} an der engsten Stelle (gekennzeichnet durch Index 2). Das Gas hat hier die Zustandswerte T_2, p_2, v_2 . Das Verhältnis p_2/p_1 aus Auslassdruck und Einlassdruck bestimmt die Art der Strömung. Es können drei Strömungsfälle unterschieden werden:

- Fall:** Der Auslassdruck p_2 ist größer als der kritische Druck p^* , also $p^* < p_2 < p_1$. In diesem Fall wird das Gas entlang seines Weges beschleunigt und entsprechend nehmen Druck, Temperatur und Dichte ab. Die Strömungsgeschwindigkeit bleibt unterhalb der Schallgeschwindigkeit und erreicht den Wert nach Gl. 10. Der Massenstrom beträgt nach Gl. 13

$$q_m = A_{\min} \cdot j_m = A_{\min} \cdot p_1 \cdot \sqrt{2 \cdot \frac{\rho_1}{p_1}} \cdot \Psi\left(\frac{p_2}{p_1}\right) = A_{\min} \cdot \frac{4}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{p_1}{\bar{c}_1} \cdot \Psi\left(\frac{p_2}{p_1}\right) \quad (24)$$

Hieraus ergibt sich für den q_{pV} -Durchfluss (bezogen auf die Temperatur T_1 am Düseneingang)

$$q_{pV} = A_{\min} \cdot \sqrt{\frac{\pi}{4}} \cdot p_1 \cdot \bar{c}_1 \cdot \Psi\left(\frac{p_2}{p_1}\right) \quad (25)$$

- Fall:** Der Auslassdruck p_2 ist gleich dem kritischen Druck p^* , d. h., $p_2 = p^* \approx 1/2 p_1$ (Gl. 15, Tab. 1). In diesem Fall wird das in der Düse strömende Gas so stark beschleunigt, dass es die kritische Geschwindigkeit, die gleich der lokalen

Tab. 1 Kritische Größen für verschiedene Gase

Größe	Einatomare Gase: Edelgase, Metalldämpfe	Zweiatomare Gase, z. B. Stickstoff	Dreiatomare Gase (Molekül nicht geradlinig), z. B. Wasser	Vielatomare Gase, z. B. Öldampf
κ	1,667	1,400	1,333	1,100
$(\kappa - 1)/\kappa$	0,400	0,286	0,250	0,091
$(1+\kappa)/\kappa$	1,600	1,714	1,750	1,909
p^*/p_1	0,487	0,528	0,540	0,585
T^*/T_1	0,750	0,833	0,857	0,952
ρ^*/ρ_1	0,650	0,634	0,630	0,614
v^*/\bar{c}_1	0,701	0,677	0,670	0,641
$\Psi(p^*/p_1)$	0,513	0,484	0,476	0,444

Schallgeschwindigkeit ist, erreicht. Massenstrom und Massenstromdichte werden maximal im Maximum der Ausflussfunktion $\Psi(p/p_1)$ (Gl. 16, Tab. 1). Massenstrom und q_{pV} -Durchfluss ergeben sich nach Gl. 24 bzw. Gl. 25, wobei für Ψ der Maximalwert (p^*/p_1) einzusetzen ist.

3. **Fall:** Der Auslassdruck p_2 ist kleiner als der kritische Druck p^* , d. h., $p_2 < p^* < p_1$. Der Einlauf des Gases in die Düse ist in diesem Fall der gleiche wie im 2. Fall. Nach Verjüngung des Querschnitts auf den minimalen Wert wird wiederum die maximal mögliche Geschwindigkeit, also die kritische Geschwindigkeit erreicht. Der Massenstrom erreicht – wie im 2. Fall – den maximalen Wert, der unabhängig vom Druck am Auslass ist und allein durch die kritischen Größen im engsten Querschnitt bestimmt wird. Man nennt das Erreichen des maximalen Gasstroms *verblockte Strömung*. Hierbei hängt die Größe des Gasstromes nicht mehr vom Strömungsverhalten hinter der Engstelle ab (wie z. B. vom Ausgangsdruck), da sich bei Überschallströmung keine Wirkung entgegen der Strömungsrichtung ausbreiten kann.

Der Druckabfall vom kritischen Druck p^* an der Engstelle zum Auslassdruck p_2 erfolgt abrupt am Austritt der Düse (siehe Abschn. 1.8).

1.5 Kontraktion bei Einströmung in Blende und Rohr

Die Strömung durch eine *Blende* oder die Einströmung in ein *Rohr* unterscheidet sich von der Strömung durch eine Düse dadurch, dass bei Blende oder Rohr eine abrupte Querschnittsänderung anstelle einer allmählichen erfolgt. Bei einer abrupten Querschnittsänderung wird die Strömung nicht geführt. Die aus verschiedenen Richtungen herbeiströmenden Gasvolumina versuchen aufgrund ihrer Trägheit, die Strömungsrichtung beizubehalten und es kommt daher zu einer Einschnürung des Querschnitts („vena contracta“), siehe Abb. 6.

Man kann den durch die Bauelemente hindurchgehenden Gasstrom mit den im vorigen Abschnitt angegebenen Formeln für die Düse beschreiben, wenn man für die

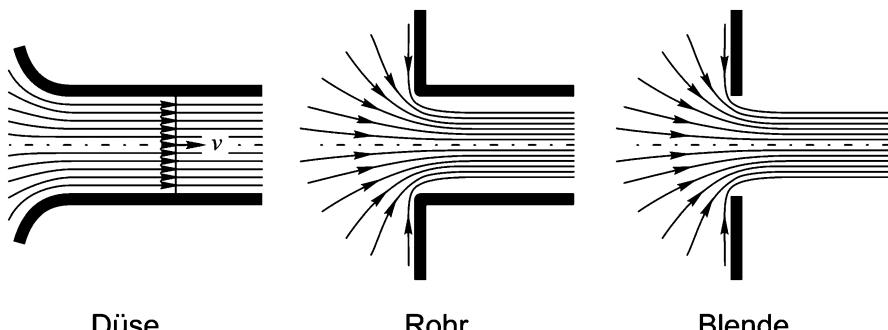


Abb. 6 Einlaufströmung in verschiedene Bauteile mit gleicher Öffnungsfläche

minimale Fläche A_{\min} nicht die geometrische Öffnungsfläche A_0 , sondern die Fläche der eingeschnürten Strömung einsetzt. Bei einer scharfkantigen Kreisblende gilt:

$$A_{\min} = \begin{cases} 0,60 \cdot A_0 & \text{wenn } p_2 \approx p_1 \text{ (Fall geringen Druckabfalls)} \\ 0,86 \cdot A_0 & \text{wenn } p_2 < p \text{ * (Fall verblockter Strömung)} \end{cases} \quad (26)$$

1.6 Beispiele zur Düsenströmung

In der Praxis hat man es häufig mit Luft zu tun. Abb. 7 zeigt den Strömungsleitwert von Düse und Blende mit kreisförmigem Querschnitt für den Fall verblockter Strömung von Luft bei 20 °C.

Als Praxisbeispiele für gasdynamische Strömung sollen zwei Beispiele durchgerechnet werden: erstens das Belüften einer Vakuumkammer durch eine Düse (Abb. 8) und zweitens das Evakuieren einer Vakuumkammer durch eine Düse (Abb. 9).

In beiden Beispielen spielt das Verhältnis p_2/p_1 der Drücke an beiden Seiten der Düse eine wichtige Rolle. Ist dieses Verhältnis kleiner als der kritische Wert (0,53 für Luft, siehe Tab. 1), dann wird der Gasstrom durch die Düse nur vom eingangsseitigen Druck bestimmt, unabhängig vom ausgangsseitigen Druck. Ist das Ver-

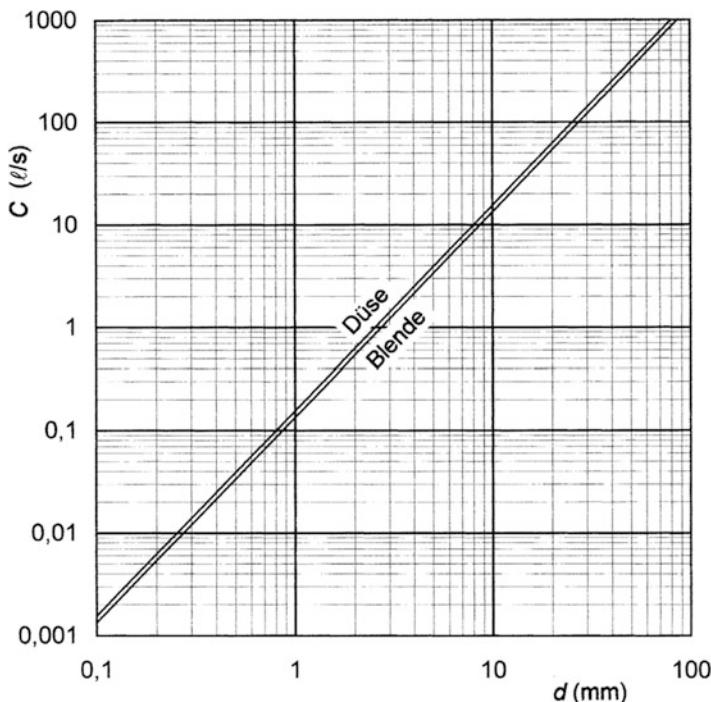


Abb. 7 Strömungsleitwert von Düse und Blende mit kreisförmigem Querschnitt (Durchmesser d) bei verblockter Strömung von Luft bei 20 °C

Abb. 8 Einströmung in einen Kessel durch eine Düse

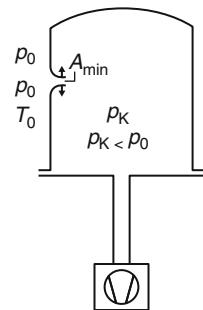
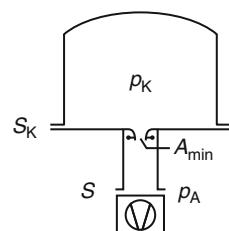


Abb. 9 Evakuieren eines Kessels durch eine Düse



hältnis dagegen größer, so wird der Durchfluss vom Druckverhältnis bestimmt: Mit steigendem Druckverhältnis nimmt der Durchfluss ab und wird schließlich null beim Druckverhältnis 1.

Beispiel 1

Einströmung von Luft in einen evakuierten Kessel durch eine Düse (Abb. 8).

Diese Situation liegt z. B. beim Belüften des Behälters vor. Die Düse sei kreisförmig mit einem Durchmesser $d = 2 \text{ mm}$. Die Umgebungsluft habe einen Druck von 1000 mbar und eine Temperatur von 20°C . Unter Benutzung der Tab. 1 erhält man:

$$\text{kritischer Druck: } p^* = 0,528 \cdot 1000 \text{ mbar} = 528 \text{ mbar}$$

$$\text{kritische Strömungsgeschwindigkeit: } v^* = 0,677 \cdot 463 \frac{\text{m}}{\text{s}} = 313 \frac{\text{m}}{\text{s}}$$

$$\text{kritische Temperatur: } T^* = 0,833 \cdot 293 \text{ K} = 244 \text{ K, d. h. } -29^\circ\text{C}$$

Zu Beginn der Einströmung ist der Druck im Kessel kleiner als der kritische Druck, so dass verblockte Strömung vorliegt. Aus Abb. 7 liest man einen Leitwert $C = 0,6 \text{ L/s}$ ab, woraus man bei einem Eingangsdruck $p_1 = 1000 \text{ mbar}$ einen pV -Durchfluss $p_1 \cdot C = 620 \text{ mbar} \cdot \text{L/s}$ erhält. Man kann den Durchfluss auch berechnen. Die Ausflussfunktion Ψ erreicht nach Tab. 1 den kritischen Wert 0,484. Damit folgt für den in den Kessel einströmenden Luftstrom:

$$\text{kritischer Massenstrom (Gl. 24) } q_m^* = 0,74 \frac{\text{g}}{\text{s}}$$

$$\text{kritischer } pV\text{-Durchfluss (Gl. 25): } q_{pV}^* = 623 \text{ mbar} \cdot \frac{\text{L}}{\text{s}}$$

In der Praxis kann beim Belüften durch eine Düse das Problem auftreten, dass diese infolge der Luftfeuchtigkeit vereist. Beim Durchströmen der Düse kühlt sich die Luft auf eine Temperatur von -29°C ab, bei dieser Temperatur beträgt der Sättigungsdampfdruck von Wasser/Eis nur 0,47 mbar. Rechnet man die isentrope Expansion zurück, so entspricht dieser Wert einem Wasserdampfdruck der einströmenden Luft von 0,87 mbar bei 20°C . Ist der Wasserdampf-Partialdruck der einströmenden Luft höher als dieser Wert, so tritt bei der Abkühlung in der Düse eine Kondensation von Dampf zu Eis ein. Umgebungsluft hat immerhin typisch 50 % relative Feuchte und damit einen Wasserdampf-Partialdruck von 11,7 mbar.

Nach einiger Zeit ist der Druck im Kessel größer als der kritische. Nehmen wir an, dass der Druck im Kessel $p_K = 800$ mbar sei. Das Druckverhältnis an der Düse beträgt dann $p_2/p_1 = 0,8$. Aus Abb. 4 liest man für die Ausflussfunktion einen Wert $\Psi \approx 0,40$ ab, Ausrechnen nach Gl. 14 ergibt den genauen Wert $\Psi = 0,396$. Der Maximalwert war $\Psi = 0,484$, so dass nun der Massenstrom 82 % des maximalen Massenstroms ($q_m^* = 0,74$ g/s) beträgt, also $q_m = 0,61$ g/s.

Beispiel 2

Düse in der Ansaugleitung einer Pumpe (Abb. 9).

Ein Kessel (Abb. 9) wird über eine Leitung mit großem Querschnitt von einer Pumpe (Saugvermögen S) evakuiert, in der Leitung befindet sich eine Düse, die als Strömungswiderstand wirkt und Stromstärke und Druckverhältnisse bestimmt. Zu einem bestimmten Zeitpunkt herrschen die Drücke p_K im Kessel und p_A am Ansaugflansch der Pumpe. Nach Gl. 26 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“ beträgt das effektive Saugvermögen am Kesselflansch

$$S_K = \frac{p_A}{p_K} \cdot S \quad (27)$$

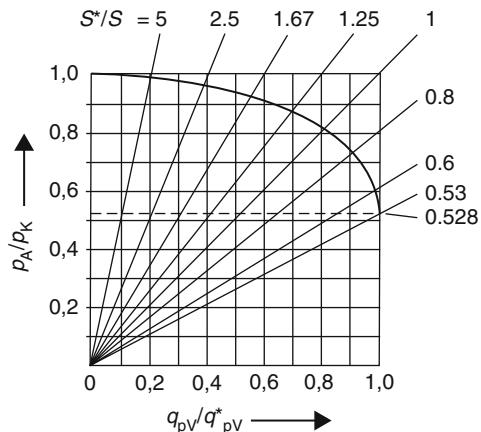
Für die weitere Betrachtung kann man das kritische Saugvermögen S^* einführen. Das ist das maximale Saugvermögen, das erreicht wird, wenn die Pumpe genügend leistungsfähig und der Druck p_A so gering ist, dass in der Düse verblockte Strömung vorliegt und der kritische Gasstrom q_{pV}^* durch die Düse strömt. Für diesen Fall gilt:

$$\frac{q_{pV} * (\text{Düse})}{q_{pV}(\text{Pumpflansch})} = \frac{p_K \cdot S^*}{p_A \cdot S} \quad (28)$$

$$\frac{S^*}{S} = \frac{p_A}{p_K} / \frac{q_{pV}(p_K/p_A)}{q_{pV}^*} \quad (29)$$

Die funktionale Abhängigkeit des Gasstromes durch die Düse vom Druckverhältnis ist kompliziert (Gl. 25), so dass ein Nomogramm für praktische Rechnungen hilfreich ist (Abb. 10).

Abb. 10 Nomogramm zur Bestimmung des Gasstroms durch eine Düse bei reibungsfreier Strömung eines zweiatomaren Gases ($\kappa = 1,4$). Die gekrümmte Kurve stellt die normierte Ausflussfunktion dar



Für die weitere Berechnung benötigen wir das kritische Saugvermögen:

$$S^* = \frac{q_{PV}^*}{p_K} = A_{\min} \cdot \sqrt{\frac{\pi}{4} \cdot \bar{c}_1 \cdot \Psi\left(\frac{p^*}{p_1}\right)} \quad (30)$$

Hat die Düse einen Durchmesser $d_{\min} = 1 \text{ cm}$, so errechnet sich für Luft von 20°C ein kritisches Saugvermögen von

$$S^* = \frac{\pi}{4} \cdot (0,01 \text{ m})^2 \cdot \sqrt{\frac{\pi}{4} \cdot 463 \frac{\text{m}}{\text{s}}} \cdot 0,484 = 15,6 \frac{\text{L}}{\text{s}} \quad (31)$$

Hat die verwendete Pumpe nun ein Saugvermögen $S = 72 \text{ m}^3/\text{h} = 20 \text{ L/s}$, so ist dieses nicht groß gegenüber dem kritischen Saugvermögen S^* der Düse, denn es ist $S^*/S = 0,78$. Die diesem Wert entsprechende Ursprungsgerade im Nomogramm (Abb. 10) schneidet die gekrümmte Kurve bei einem Abszissenwert $p_A^*/p_K = 0,72$. Gemäß Gl. 27 steht somit an der Kammer ein effektives Saugvermögen $S_K = 0,72 \cdot 20 \text{ L/s} = 14,4 \text{ L/s}$, also 72 % des Pumpensaugvermögens, zur Verfügung.

Verwendet man eine Pumpe mit halbem Saugvermögen der obigen Pumpe, also $S = 36 \text{ m}^3/\text{h} = 10 \text{ L/s}$, so lauten die entsprechenden Werte: $S^*/S = 1,56$ und $p_A/p_K = 0,9$. An der Kammer steht ein effektives Saugvermögen $S_K = 0,9 \cdot 10 \text{ L/s} = 9 \text{ L/s}$, also 90 % des Pumpensaugvermögens, zur Verfügung.

Verwendet man eine Pumpe mit doppelten Saugvermögen der ursprünglichen Pumpe, also $S = 144 \text{ m}^3/\text{h} = 40 \text{ L/s}$, so hat das Verhältnis aus kritischen Saugvermögen der Düse und Pumpensaugvermögen den Wert $S^*/S = 0,39$. Damit ist das Druckverhältnis $p_A/p_K < 0,523$ und somit die Strömung verblockt. Der Gasstrom erreicht seinen maximalen, durch die Düse bestimmten Wert. Das am Kessel zur Verfügung stehende Saugvermögen ist gleich dem kritischen Saugvermögen $S^* = 15,6 \text{ L/s}$ und wird auch bei Verwendung einer noch leistungsfähigeren Pumpe nicht mehr größer.

Es sei vermerkt, dass die obigen Berechnungen nur für den Fall viskoser Strömung gelten, d. h. wenn die Knudsenzahl $\text{Kn} = \bar{l}/d$ kleiner als 10^{-2} ist. Im obigen Beispiel gilt das bis herunter zu einem Kesseldruck p^* von ca. 0,65 mbar.

1.7 Gerader und schräger Verdichtungsstoß

Wir betrachten den Fall der stationären Strömung in einer Leitung. Die Strömungsgeschwindigkeit soll mindestens gleich oder größer als die Schallgeschwindigkeit sein. Überschallgeschwindigkeiten können beispielsweise im Auslauf einer Lavaldüse erreicht werden (Abschn. 1.8). Dann haben Änderungen der Strömung an einer Stelle keine Rückwirkung auf das nachströmende Gas.

Bei einer derartigen Strömung kann der Fall eintreten, dass die Strömung z. B. durch eine kleine Störung schlagartig umschlägt: An der Stoßfront ändern sich die Zustandsgrößen Strömungsgeschwindigkeit, Dichte, Temperatur und Druck abrupt. Aus der Überschallströmung wird eine Unterschallströmung. Entsprechend nimmt die Dichte abrupt zu, man nennt den Vorgang daher *Verdichtungsstoß*.

Zunächst wollen wir den Fall des *geraden oder senkrechten Stoßes* betrachten. Um die Änderungen der Zustandsgrößen beim Verdichtungsstoß zu berechnen, geht man wieder von den im Abschn. 1.1 hergeleiteten Erhaltungssätzen für Masse, Impuls und Energie aus (Gl. 1, 5 und 7). Beim Verdichtungsstoß ändert sich die in Gl. 1 (Masseerhaltung) auftauchende Querschnittsfläche A nicht, die in Gl. 25 (Impulserhaltung) auftauchenden Größen v , p^* und ρ ändern sich abrupt. Damit können die Erhaltungssätze in folgender Form geschrieben werden:

$$\rho \cdot v = \text{const} \quad \text{Masseerhaltung} \quad (32)$$

$$p + \rho \cdot v^2 = \text{const} \quad \text{Impulserhaltung} \quad (33)$$

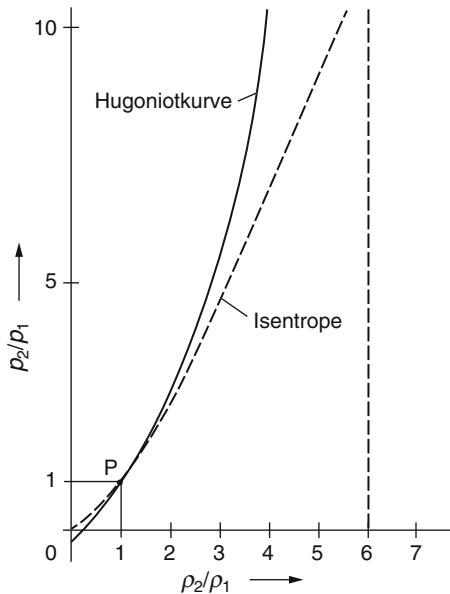
$$\frac{p}{\rho} + \frac{1}{2} \cdot v^2 + c_V \cdot T = \text{const} \quad \text{Energieerhaltung} \quad (34)$$

Um die Zustandsgrößen des Gases nach dem Verdichtungsstoß berechnen zu können, muss man Annahmen über das Verhalten der Temperatur T machen. Bei isentroper Strömung in Abschn. 1.2 wurde die Temperatur aus den Poisson-Gleichungen Gl. 8 erhalten. Bei dem jetzt betrachteten Verdichtungsstoß berechnen wir den Term $c_V \cdot T$ aus den Eigenschaften des idealen Gases:

$$c_V \cdot T = \frac{1}{\kappa - 1} \cdot R_s \cdot T = \frac{1}{\kappa - 1} \cdot \frac{p}{\rho} \quad (35)$$

Durch Einsetzen von Gl. 35 ist somit die Temperatur in den Erhaltungssätzen eliminiert. Schreibt man die drei Erhaltungssätze Gl. 32 bis Gl. 34 für den Gaszustand vor und nach dem Verdichtungsstoß auf, lassen sich weiterhin die Strömungsgeschwindigkeiten v_1 (vor dem Stoß) und v_2 (nach dem Stoß) eliminieren und man erhält eine Beziehung zwischen dem Verhältnis p_2/p_1 der Drücke nach und vor dem

Abb. 11 Hugoniot-Kurve (Gl. 36) und Poisson-Kurve (Isentrope) (Gl. 8) für $\kappa = 1,4$, also $(\kappa + 1)/(\kappa - 1) = 6$



Stoß einerseits und dem Verhältnis ρ_2/ρ_1 der Dichten andererseits. Diese Beziehung heißt *Hugoniot-Gleichung*:

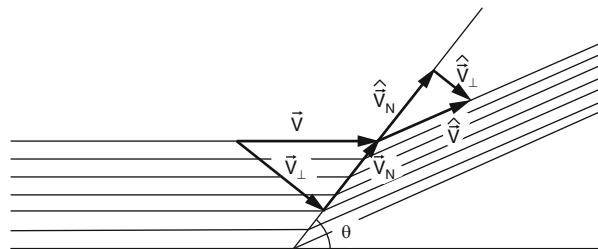
$$\frac{p_2}{p_1} = \frac{(\kappa + 1) \cdot \frac{\rho_2}{\rho_1} - (\kappa - 1)}{(\kappa + 1) - (\kappa - 1) \cdot \frac{\rho_2}{\rho_1}} \quad (36)$$

In Abb. 11 ist die Hugoniot-Kurve (Gl. 36) für einen abrupten Verdichtungsstoß und zum Vergleich die entsprechende Kurve für allmähliche isentrope Zustandsänderung, die Poisson-Gleichung (Gl. 8), dargestellt.

Die Hugoniot-Kurve hat einige interessante Eigenschaften. Die Dichte ρ_1 nach dem Stoß kann höchstens das $(\kappa + 1)/(\kappa - 1)$ -fache des Wertes ρ_1 vor dem Stoß annehmen, weil hierfür der Druck über alle Grenzen steigt. Dagegen existiert bei der Poisson-Kurve eine solche Grenze nicht. Beide Kurven stimmen an der Stelle $\rho_2/\rho_1 = 1$ nicht nur in ihren Ordinatenwerten überein, sondern auch in ihrer ersten und zweiten Ableitung. Die Poisson-Kurve ist also für den Fall kleiner Verdichtung im Stoß $\rho_2/\rho_1 \approx 1$ eine gute Näherung für die Hugoniot-Kurve. Die Abweichung der Hugoniot-Kurve von der isentropen Poisson-Kurve bedeutet eine Entropieänderung durch den Stoß.

Die Entropie des Gases beim Durchtritt durch die Stoßfläche kann nach dem zweiten Hauptsatz der Thermodynamik nicht kleiner werden. Daraus folgt, dass nur der Ast der Hugoniot-Kurve, der oberhalb der Poisson-Kurve liegt (Abb. 11), eine physikalische Bedeutung hat. Dieser Ast beschreibt eine Stoßverdichtung (Zunahme der Massendichte). Eine Stoßverdünnung (Abnahme der Massendichte) ist nicht

Abb. 12 Schräger Verdichtungsstoß. Die Strömungsgeschwindigkeiten vor und nach dem Stoß werden zerlegt in die Anteile senkrecht und parallel zur Stoßfläche



möglich. Die Verdichtung eines strömenden Gases kann also sowohl in einem unstetigen Stoß mit Entropiezunahme nach der Hugoniot-Gleichung als auch allmählich mit Entropieerhaltung (isentrop) nach der Poisson-Gleichung erfolgen. Die Verdünnung erfolgt dagegen immer stetig isentrop.

In technischen Verdichtern, wie z. B. Dampfstrahl- oder Diffusionspumpen kann die Verdichtung in einem oder mehreren Verdichtungsstößen stattfinden, bis das Medium zur Ruhe kommt ($v = 0$). Der Druck steigt dann nach dem Stoß auf den Ruhedruck p_o^* , der der höchstmögliche Kompressionsdruck der Pumpe ist, das Druckverhältnis $p_2/p_1 = p_0/p_1$ auf das *Ruhedruckverhältnis*.

Nun wollen wir den Fall des *schrägen Verdichtungsstoßes* betrachten. Die obigen Überlegungen für den geraden Verdichtungsstoß können auf den schrägen Verdichtungsstoß übertragen werden, indem man die Strömungsgeschwindigkeiten vor und nach dem Stoß vektoriell in die Komponenten senkrecht und parallel zur Stoßfläche zerlegt (siehe Abb. 12).

Es können die oben abgeleiteten Gleichungen benutzt werden, wenn man folgende Ersetzungen vornimmt:

$$\begin{aligned} v &\text{ durch } v^\perp \\ \text{Ma} &\text{ durch } \text{Ma} \cdot \sin \theta \end{aligned} \tag{37}$$

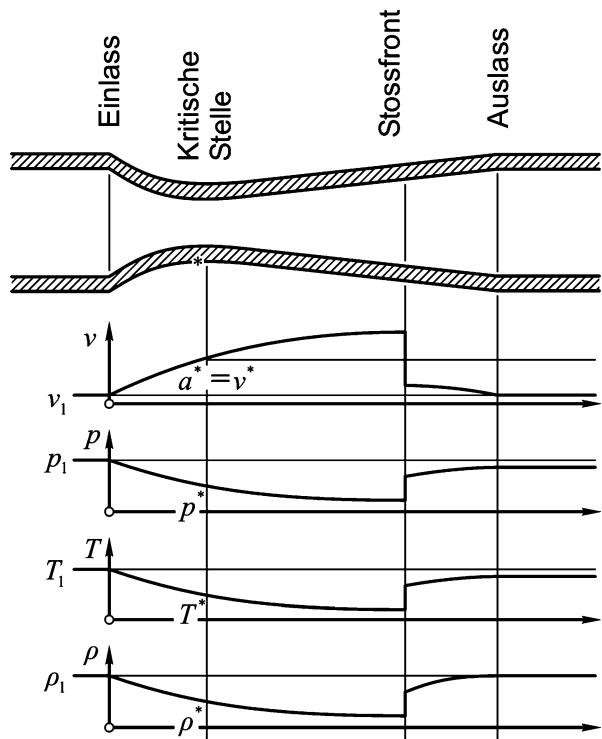
wobei θ der Winkel zwischen der Strömungsrichtung und der Fläche des Verdichtungsstoßes ist.

Da eine notwendige Bedingung für den geraden Verdichtungsstoß $\text{Ma} > 1$ ist und bei schrägem Stoß Ma durch $\text{Ma} \cdot \sin \theta$ ersetzt wird, ist die entsprechende Bedingung für einen schrägen Stoß $\text{Ma} > \text{Ma} \cdot \sin \theta > 1$. Der Anstellwinkel θ der Stoßfläche kann also nicht kleiner sein als der Machwinkel α , der durch $\sin \alpha = 1/\text{Ma}$ definiert ist. Der Anstellwinkel θ ist ein zusätzliches geometrisches Bestimmungsstück für den schrägen Verdichtungsstoß im Vergleich zum geraden Stoß. Kleine Anstellwinkel θ bedeuten kleine Änderungen der Zustandsgrößen im Stoß (schwache Stöße).

1.8 Lavaldüse, Ausströmung bei Gegendruck

Die Laval Düse ist eine Düse mit einer Einlauf- und einer Auslaufzone (Abb. 13). Die Einlaufzone ist zur Minimierung der Wandreibung des Gases kurz gehalten. Bei der Auslegung der Auslaufzone muss ein Kompromiss gemacht werden: Zur Vermei-

Abb. 13 Lavaldüse. Oben: Querschnitt. Darunter: Zustandsgrößen entlang des Weges: Strömungsgechwindigkeit, Druck, Temperatur, Dichte (nach Schade und Kunz [1])



dung von Reibungsverlusten sollte die Auslaufzone kurz sein, was durch einen großen Öffnungswinkel realisiert werden kann. Wird jedoch der Öffnungswinkel zu groß, folgt die Strömung – je nach Strömungsgeschwindigkeit – dem rasch zunehmenden Querschnitt nicht mehr und es kommt zum unerwünschten Abreißen der Strömung von den Wänden.

In der Einlaufzone einer Lavaldüse bis zur Engstelle wird der Querschnitt kontinuierlich kleiner und die Strömungsgeschwindigkeit nimmt auf Kosten des Drucks und der Temperatur zu. Im Auslaufbereich gibt es dagegen verschiedene Strömungsformen. Ist man nur an dem durch eine Lavaldüse hindurchgehenden Gasstrom interessiert, unterscheidet man die folgenden zwei Fälle:

- Fall:** Liegt der Auslassdruck p_2 nur geringfügig unter dem Einlassdruck p_1 , so bleibt die Strömung unterkritisch, d. h., die Strömungsgeschwindigkeit bleibt in der gesamten Düse unterhalb des kritischen Wertes. Nach Passieren der Engstelle wird das Gas zum Auslass hin abgebremst, wobei Druck und Temperatur wieder zunehmen. Ohne Reibungsverluste liegt am Auslass der gleiche Gaszustand wie am Einlass vor. Je nach Strömungsbedingungen und Düsenform kann die reale Strömung dem reibungsfreien Idealfall sehr nahe kommen. Da dann die Strömung gut berechenbar ist, werden Lavaldüsen zur Strömungsmessung benutzt. Hierbei werden die statischen Drücke am Eingang und an der engsten Stelle

gemessen und bei bekannten Querschnittsflächen die hindurchströmende Menge berechnet. Abweichungen vom Idealfall wurden experimentell und theoretisch genau untersucht und sind in ISO 5167 tabelliert.

2. **Fall:** Liegt der Auslassdruck p_2 unter dem kritischen Druck p^* , dann erreicht die Strömung Schallgeschwindigkeit an der Engstelle, es kommt zur Verblockung der Strömung. Der sich einstellende Gasstrom ergibt sich aus Gl. 24 bzw. Gl. 25, wenn für die Querschnittsfläche A_{\min} die Fläche an der Engstelle der Lavaldüse eingesetzt wird und für die Ausflussfunktion Ψ der kritische Wert (Tab. 1). Auch hier kann je nach Strömungsbedingungen und Düsenform die reale Strömung dem reibungsfreien Idealfall sehr nahe kommen. In ISO 9300 sind die Abweichungen vom Idealfall angegeben. Somit lassen sich bei bekanntem Eingangsdruck und bekannter Düsengeometrie Gasströme genau messen.

Die Strömung in der Auslaufzone einer Lavaldüse hängt von der Düsenform und dem Ausgangsdruck ab.

Abb. 13 zeigt einen interessanten Strömungsfall: Das hindurchströmende Gas wird zunächst allmählich bis zur Schallgeschwindigkeit an der engsten Stelle beschleunigt. Es liegt somit verblockte Strömung vor, der Gasstrom ist unabhängig vom Ausgangsdruck. Im Auslauf der Düse wird das Gas weiter bis auf Überschallgeschwindigkeit beschleunigt, wobei der Druck weiter absinkt. Da jedoch am Ausgang ein endlicher Druck herrscht, gegen den das Gas ausströmt, kommt es noch innerhalb der Lavaldüse zu einem abrupten Verdichtungsstoß mit abruptem Druckaufbau.

Ein schönes Anwendungsbeispiel der Lavaldüse sind die *Strahlpumpen* (► Kap. 18, „Treibmittelpumpen“). Bei diesen Pumpen tritt das Treibmittel, das ein Gas oder Dampf sein kann, aus einer Leitung in einen Raum, den sogenannten Mischraum ein. Im Mischraum befindet sich das zu pumpende Gas bei einem bestimmten Druck, der je nach Betriebszustand über einen weiten Bereich variieren kann. Je nach Größe des Treibmittel-Austrittsdrucks und des Mischraum-Drucks können Strömungsformen mit unterschiedlicher räumlicher Ausdehnung innerhalb und außerhalb der Leitung entstehen, siehe Abb. 14.

1. **Betriebszustand** (Abb. 14, linkes Teilbild): Der Druck p_a^* am Ausgang der Düse ist nur wenig kleiner als der Druck am Eingang. In der gesamten Düse bleibt der Druck oberhalb des kritischen Drucks p^* . In diesem Fall wird die Strömung im sich verjüngenden Teil der Düse beschleunigt und im sich erweiternden Teil wieder abgebremst. Die Strömungsgeschwindigkeit bleibt immer unterhalb der Schallgeschwindigkeit.
2. **Betriebszustand** (Abb. 14, 2. Teilbild): Der Druck p_a^* am Ausgang der Düse ist gerade gleich dem Ausgangsdruck im Auslegungszustand. In diesem Fall wird die Strömung im sich verjüngenden Teil beschleunigt und erreicht den kritischen Wert an der Engstelle. Danach wird die Strömung im sich erweiternden Teil mit Zunahme des Querschnitts weiter beschleunigt. Somit wird die Strömung in der gesamten Düse beschleunigt, wobei stetig der Druck abnimmt. Der sich einstel-

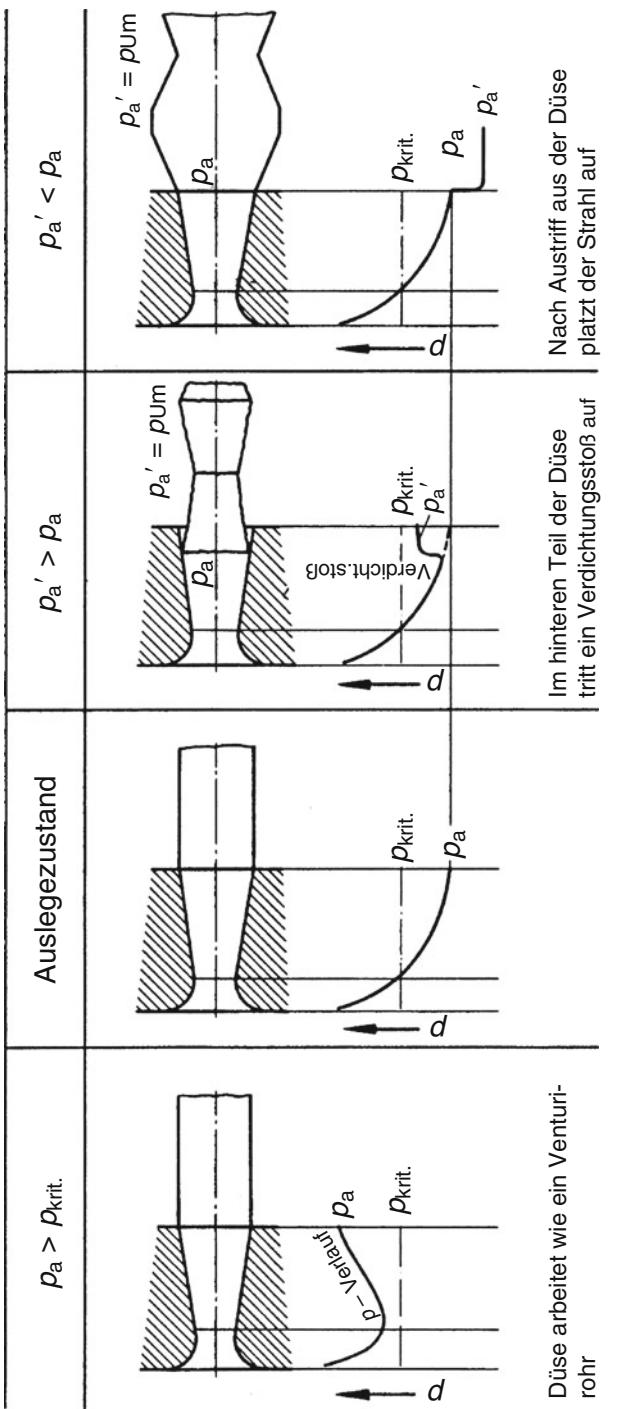


Abb. 14 Verschiedene Betriebszustände einer Lavaldüse bei Gegendruck (nach [2])

lende Ausgangsdruck ergibt sich aus dem Querschnitt am Ausgang, der durch die Auslegung gerade so gewählt wurde, dass er gleich dem Druck im Auslassraum ist. Es handelt sich hierbei um den optimalen Fall.

3. **Betriebszustand** (Abb. 14, 3. Teilbild): Der Druck p'_a im Auslassraum liegt unter dem kritischen Druck p^* , aber über dem Austrittsdruck p_a^* der Düsenauslegung. An der engsten Düsenstelle tritt Schallgeschwindigkeit auf. Es liegt somit verblockte Strömung vor, der Gasstrom ist unabhängig vom Ausgangsdruck. Im Auslauf der Düse wird das Gas weiter bis auf Überschallgeschwindigkeit beschleunigt, wobei der Druck weiter absinkt. Da jedoch am Ausgang ein endlicher Gegendruck herrscht, gegen den das Gas ausströmen muss, kommt es noch innerhalb der Lavaldüse zu einem geraden Verdichtungsstoß. Weitere gerade und schiefe Verdichtungsstöße können im Düsenauslauf und im austretenden Strahl auftreten. Unter Umständen löst sich die Strömung von den Düsenwänden ab.
4. **Betriebszustand** (Abb. 14, 4. Teilbild): Der Druck p'_a im Auslassraum liegt unter dem kritischen Druck p^* und unter dem Austrittsdruck p_a^* der Düsenauslegung. Nach dem Austritt des Strahls aus der Düse treten im Strahl schräge Verdichtungsstöße auf, die ihn zunächst stärker erweitern, als es der Fortsetzung der Düsenkontur entsprechen würde. Im weiteren Verlauf des Strahles folgen Verdichtungsstöße und Verdünnungswellen aufeinander. Es kann zu Schwingungen im Strahl kommen.

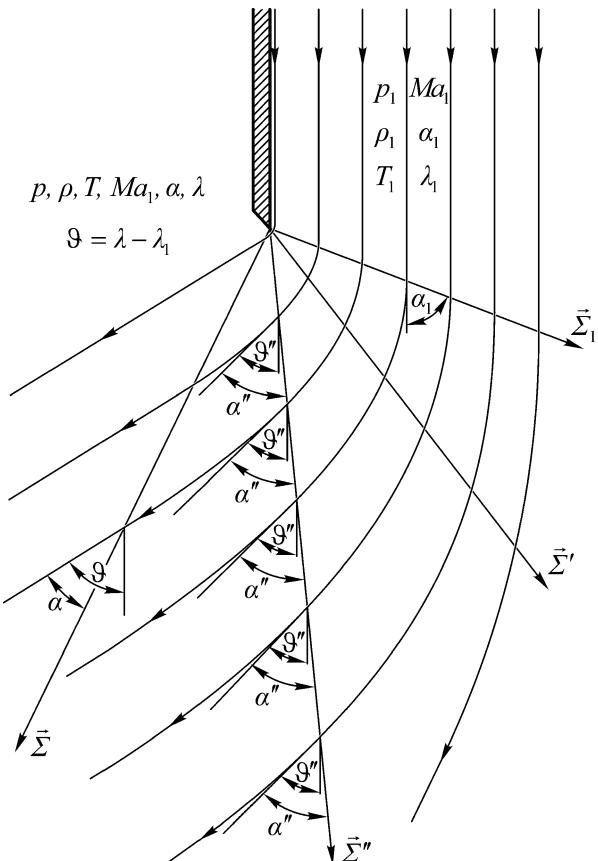
1.9 Strömung um eine Ecke (Prandtl–Meyer)

Der freie Überschallstrahl hinter der Düse lässt sich im Allgemeinen nicht mit der Stromfadentheorie beschreiben. In der Vakuumtechnik genügt es jedoch häufig, das Verhalten des Überschallstrahls in der Nähe des Düsenausgangs zu berechnen. Hierzu dient das Verfahren nach Prandtl–Meyer. Berechnet wird eine einseitig durch eine Wand begrenzte Parallelströmung, die am Ende der Wand (Ecke) in ein Gebiet mit niedrigerem Gegendruck p^* als in der Parallelströmung (p_1) eindringt (Abb. 15). Dabei wird die Strömung aus ihrer ursprünglichen Richtung abgelenkt, die Richtungen der Stromlinien (Geschwindigkeit) bilden mit der ursprünglichen Richtung der Parallelströmung einen Winkel ϑ .

Die zweidimensionale (ebene) Behandlung des Problems ergibt, dass Betrag und Richtung der Geschwindigkeit v und die Zustandsgrößen Druck, Dichte und Temperatur auf jedem von der Ecke ausgehenden Fahrstrahl konstant sind. Weiterhin ergibt sich, dass die Fahrstrahlen „Machlinien“ sind, d. h., dass sie die Stromlinie (in Richtung der Geschwindigkeit) unter dem Machwinkel α schneiden, wobei $\text{Ma} = 1/\sin \alpha$ ist. Der Winkel ϑ errechnet sich als Differenz

$$\vartheta = \lambda - \lambda_1 \quad (38)$$

Abb. 15 Überschallströmung um die Ecke einer Wand. Die Fahrstrahlen Σ sind Machlinien, auf denen die Zustandsgrößen p^* , ρ , T sowie der Ablenkwinkel $\theta = \lambda - \lambda_1$ konstant sind. Die Machlinien bilden mit den Stromlinien den Winkel α mit $\text{Ma} = 1/\sin \alpha$



Hierbei kennzeichnet λ bzw. λ_1 einen Strömungsparameter an der betrachteten Stelle des Strömungsfeldes an einem Ort nach der Ablenkung bzw. vor der Ablenkung. Der Strömungsparameter ist wie folgt definiert

$$\begin{aligned} \lambda = & \frac{1}{2} \cdot \arccos \left(\kappa - \frac{\kappa - 1}{1 - \left(\frac{p}{p_0} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}}} \right) + \frac{1}{2} \cdot \sqrt{\frac{\kappa + 1}{\kappa - 1}} \\ & \cdot \arccos \left(\kappa - (\kappa + 1) \cdot \left[1 - \left(\frac{p}{p_0} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}} \right] \right) - \frac{\pi}{2} \end{aligned} \quad (39)$$

Ist die Parallelströmung vor der Ecke gerade kritisch, d. h. $\text{Ma} = 1$, so dass das Druckverhältnis p^*/p_0 die Beziehung (Gl. 15) erfüllt, dann werden beide arccos-Terme in Gl. 39 gerade Null und es folgt

$$\lambda_1 = \lambda^* = 0 \quad (40)$$

In diesem Fall wird der Ablenkwinkel ϑ gleich dem Strömungsparameter λ , der auf diese Weise eine anschauliche Bedeutung erhält. Wenn das Gas, dessen Strömung vor der Ecke kritisch ist, hinter der Ecke auf den Druck $p^* = 0$ expandiert, so folgt aus Gl. 39 der maximale Ablenkwinkel

$$\vartheta_{\max} = \frac{\pi}{2} \cdot \left[\sqrt{\frac{\kappa + 1}{\kappa - 1}} - 1 \right] \quad (41)$$

Er wird für Gase mit $\kappa < 1,25$ größer als 180° . Da dies physikalisch unmöglich ist, kann das Gas in diesen Fällen nur auf einen endlichen Wert des Drucks p_{\min}^* expandieren. p_{\min}^* lässt sich aus Gl. 39 berechnen, wenn man $\lambda = \pi$ setzt. Ähnliches gilt für überkritische Strömungen.

Beispiel 3

Als Beispiel soll der Austrittswinkel eines freien Überschallstrahls aus einer Düse in ein Gebiet mit geringem Gegendruck bestimmt werden (4. Betriebszustand der Lavaldüse im vorigen Abschnitt). Der Strahl bestehe aus Öldampf mit $\kappa = 1,1$ und der relativen Teilchenmasse 435. Am Düsenausgang herrsche das Expansionsverhältnis $p_1/p_0 = 0,03$, der Gegendruck p^* hinter der Düse entspreche einem Expansionsverhältnis $p^*/p_0 = 0,001$. Aus Gl. 39 errechnet man $\lambda_1 = 65^\circ$ und $\lambda = 113^\circ$, so dass nach Gl. 38 ein Ablenkwinkel folgt:

$$\vartheta = \lambda - \lambda_1 = 113^\circ - 65^\circ = 48^\circ \quad (42)$$

Für die Zustandsgrößen des Gases ergibt sich:

- am Düsenausgang ($p_1/p_0 = 0,03$): $\text{Ma}_1 = 2,8 \text{ Ma}_1^* = 2,4 T_1/T_0 = 0,72 \rho_1/\rho_0 = 0,04$
- hinter der Düse ($p/p_0 = 0,03$): $\text{Ma} = 4,2 \text{ Ma}^* = 3,2 T_1/T_0 = 0,53 \rho_1/\rho_0 = 0,002$

Die Größen p_0^* , ρ_0 und T_0 des Gases im Ruhezustand sind nicht unabhängig voneinander frei wählbar; sie hängen einerseits durch die Zustandsgleichung des Gases, andererseits durch die Dampfdruckkurve zusammen. Für das verwendete Öl ($\kappa = 1,1$) folgt z. B. aus der Dampfdruckkurve für den Siededruck $p^* = 1333 \text{ Pa}$ die Siedetemperatur $T_0 = 520 \text{ K}$. Dann ergibt sich für die thermische Geschwindigkeit am Eingang

$$\bar{c}_1 = \sqrt{\frac{8}{\pi} \cdot \frac{8,314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 520 \text{ K}}{0,435 \text{ kg} \cdot \text{mol}^{-1}}} = 159 \frac{\text{m}}{\text{s}} \quad (43)$$

für die kritische Geschwindigkeit (Gl. 19):

$$v^* = \sqrt{\frac{8,314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 520 \text{ K}}{0,435 \text{ kg} \cdot \text{mol}^{-1}}} \cdot \frac{2 \cdot 1,1}{1,1 + 1} = 102 \frac{\text{m}}{\text{s}} \quad (44)$$

und für die kritische Stromdichte (Gl. 20):

$$j_m^* = \frac{1333 \text{ Pa}}{159 \text{ m/s}} \cdot \left(\frac{2}{1,1 + 1}\right)^{\frac{1}{1,1 - 1}} \cdot \sqrt{\frac{16}{\pi} \cdot \frac{1,1}{1,1 + 1}} = 8,4 \frac{\text{kg}}{\text{m}^2 \cdot \text{s}} \quad (45)$$

Zum Ende dieses Abschnitts sind in Abb. 16 Bestimmungsgrößen wie Machzahl, Ruhedruck- Temperaturverhältnis in Abhängigkeit von κ und dem Expansionsverhältnis p/p_0 grafisch dargestellt.

Im Einzelnen gilt:

$M = Ma$ (Machzahl): Gl. 23

$$M^* = Ma^* \text{ (kritische Machzahl): } Ma^* = \frac{v}{v^*} = \left(\frac{\kappa+1}{\kappa-1} \left[1 - \left(\frac{p}{p_0} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}} \right] \right)^{1/2}$$

$$\hat{p}_0/p_0 \text{ Ruhedruckverhältnis: } \frac{\hat{p}_0}{p_0} = \frac{\kappa+1}{\kappa-1} \left(\frac{p}{p_0} \right)^{1/\kappa} \frac{\left(1 - \left(\frac{p}{p_0} \right)^{(\kappa-1)/\kappa} \right)^{\kappa/(\kappa-1)}}{\left(\frac{4\kappa}{(\kappa+1)^2} - \left(\frac{p}{p_0} \right)^{(\kappa-1)/\kappa} \right)^{1/(\kappa-1)}}$$

$T=T_0$ Temperaturverhältnis: Gl. 8

$$l \text{ Stromdichteverhältnis: } l = \frac{pv}{\rho^* v^*} = \left(\frac{\left(\frac{\kappa+1}{2} \right)^{\frac{\kappa+1}{\kappa-1}}}{\frac{\kappa-1}{2}} \left[\left(\frac{p}{p_0} \right)^{2/\kappa} - \left(\frac{p}{p_0} \right)^{\frac{1+\kappa}{\kappa}} \right] \right)^{1/2}$$

ρ/ρ_0 Dichteverhältnis: Gl. 8

λ Strömungsparameter (in Winkelgrad): Gl. 39

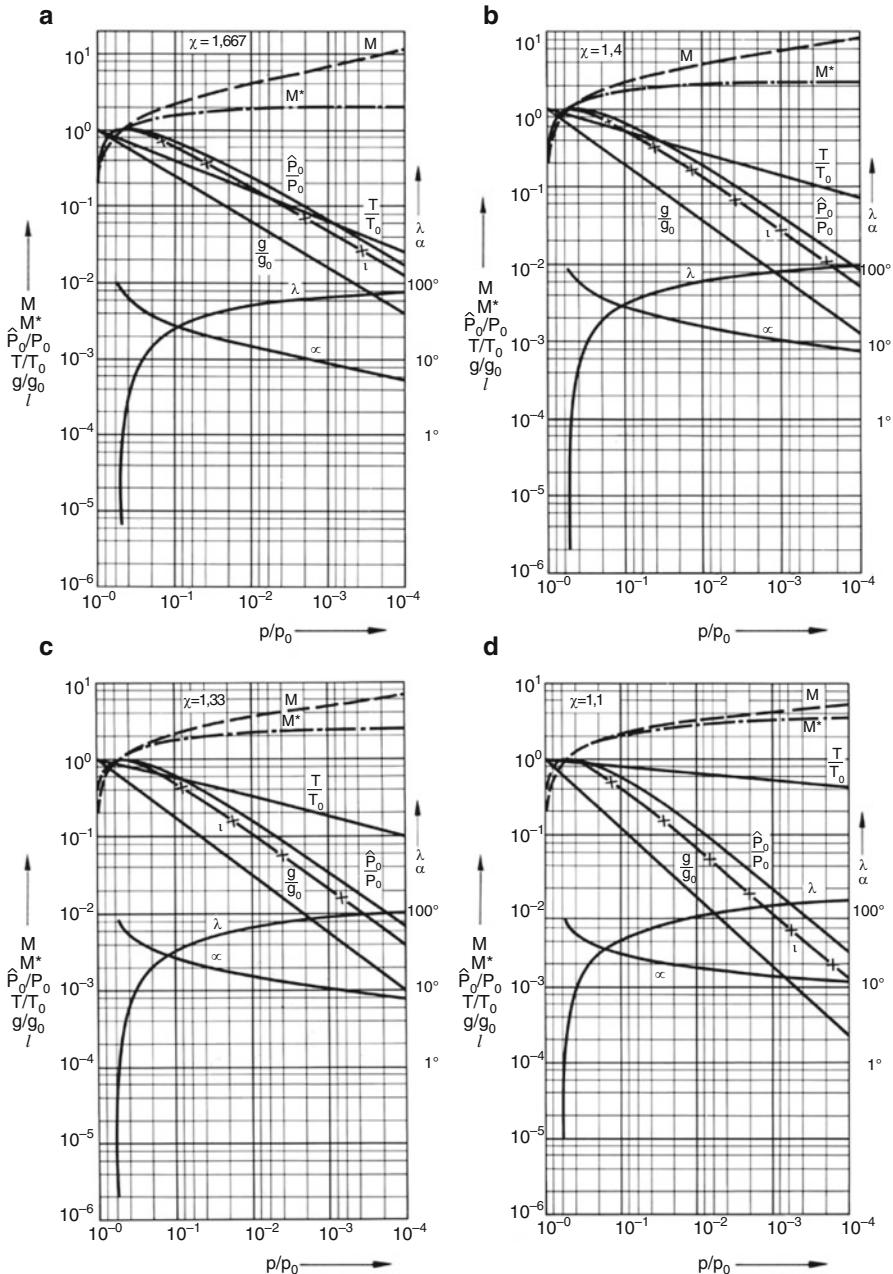
α Machwinkel (in Winkelgrad): $\sin \alpha = \frac{1}{Ma}$

2 Reibungsbehaftete viskose Leitungsströmung

2.1 Laminare und turbulente Strömung durch eine Leitung

Dieser Abschnitt beschäftigt sich mit der viskosen Strömung in langen Leitungen und behandelt die wesentlichen Phänomene. Abb. 17 zeigt eine derartige Strömung. Die Phänomene werden in der Reihenfolge des Weges der Gasströmung diskutiert.

Der Einlauf des Fluids in die Leitung und die Kontraktion der Strömung wurden bereits in Abschn. 1 behandelt. Es wird nun die Strömung im Rohr betrachtet. An der Wand werden die Gasschichten, die sich in unmittelbarer Wandnähe (Grenzschicht) bewegen, durch Reibung stark abgebremst. Bei Düsen und kurzen Leitun-

**Abb. 16** (Fortsetzung)

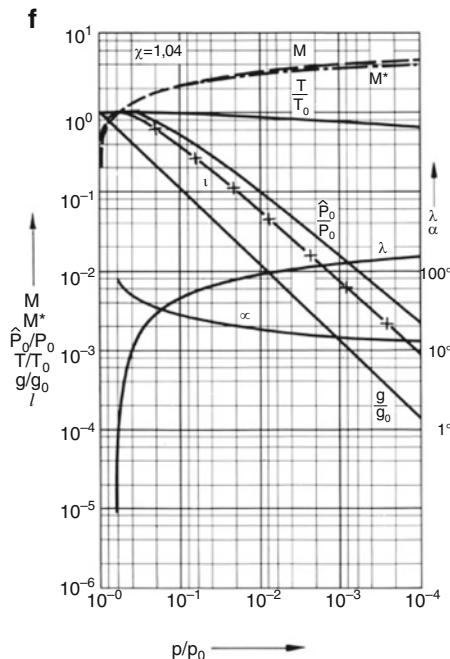


Abb. 16 a bis e: Bestimmungsgrößen eines strömenden Gases bei einem Verdichtungsstoß (vgl. Abschn. 1.7) als Funktion des Expansionsverhältnisses p/p_0 für verschiedene Werte des Isentropenexponenten κ . Die Machzahl ist hier mit M statt sonst Ma bezeichnet. Es ist p_0^* der Ruhedruck hinter dem Stoß (Gas in Ruhe), p_0 der Ruhedruck vor dem Stoß, p statischer Druck in der Stromröhre, $p/p_0 = 0 - 1$ somit das Expansionsverhältnis

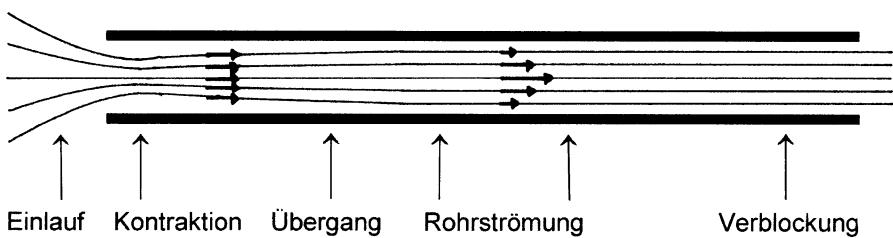
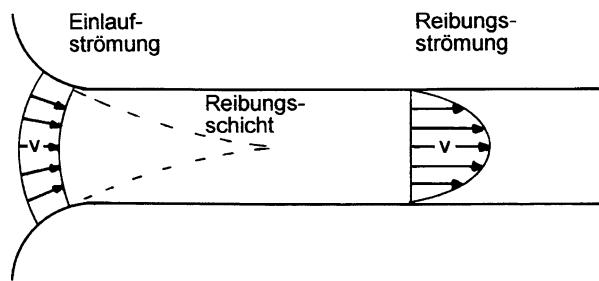


Abb. 17 Gasströmung durch eine lange Leitung

gen ist die Grenzschicht so dünn, dass die Gesamtströmung von der Reibung kaum beeinflusst wird.

Die Dicke der Grenzschicht nimmt entlang einer Leitung allmählich zu und wird schließlich so groß, dass die Strömung hiervon zunehmend beeinflusst und dann dominierend bestimmt wird. Bedingt durch die Wandreibung ergibt sich eine Verteilung der Strömungsgeschwindigkeit über den Leitungsquerschnitt. Dieses Ge-

Abb. 18 Ausbildung eines Geschwindigkeitsprofils über den Leitungsquerschnitt nach Einlauf in eine Leitung



schwindigkeitsprofil ändert sich im Bereich der Anlaufströmung stetig, bis es schließlich seine endgültige Form annimmt (Abb. 18).

Aufgrund der Wandreibung wird das strömende Fluid abgebremst, folglich ist der Impuls keine Erhaltungsgröße mehr. Ferner bewirkt die Wandwechselwirkung des strömenden Fluids einen Austausch von Wärmeenergie, so dass die Strömung (nahezu) isotherm ist. Folglich ist auch die Energie des Fluids keine Erhaltungsgröße mehr.

Bei der folgenden Behandlung der Rohrströmung wollen wir annehmen, dass ein *langes* Rohr vorliegt und ein Stück des Rohres weit hinter dem Einlaufbereich betrachtet wird, in dem das endgültige Geschwindigkeitsprofil vorliegt.

Die angegebenen Formeln gelten für stationäre isotherme Strömung. Im Fall von pulsierenden Strömungen ist in der Regel der Strömungswiderstand größer (vgl. auch das elektrische Analogon: zusätzlicher Widerstand durch Impedanzen).

Im ► Abschn. 1.1 von Kap. 6, „Strömung von Gasen“ wurde bereits angegeben, dass die Strömung in langen Leitungen laminar oder turbulent sein kann. Das Kriterium zur Entscheidung zwischen beiden Strömungsarten ist die Reynoldszahl Re :

$$Re = \frac{\rho \cdot v \cdot d}{\eta}$$

mit ρ = Dichte des strömenden Gases, v = Strömungsgeschwindigkeit des Gases (Mittelwert über der Querschnittsfläche der Leitung), d = Ausdehnung des Querschnitts (Durchmesser bei Kreisrohr) und η = dynamische Viskosität des Gases.

Bei einem Rohr mit kreisförmigem Querschnitt (*Kreisrohr*) gilt:

$$Re \begin{cases} < 2300 & \text{Strömung laminar} \\ > 4000 & \text{Strömung turbulent} \end{cases}$$

Die Grenze zwischen den beiden Strömungsarten kann mit der Reynoldszahl nicht präzise gezogen werden, da das Strömungsverhalten vom Strömungszustand beim Einlauf in die betrachtete Strecke abhängt und auch empfindlich auf Wandrauigkeiten reagiert.

Die Strömungsgeschwindigkeit v ist meist nicht bekannt, kann aber aus dem Durchfluss berechnet werden:

$$v = \frac{1}{A} \cdot \frac{dV}{dt} = \frac{4}{\pi \cdot d^2} \cdot \frac{q_{pV}}{p} \quad (46)$$

Einsetzen der Strömungsgeschwindigkeit (Gl. 46) in den Ausdruck für die Reynoldszahl liefert:

$$Re = \frac{4}{\pi} \cdot \frac{q_m}{\eta \cdot d} = \frac{4}{\pi} \cdot \frac{\rho \cdot q_{pV}}{\eta \cdot d} = \frac{32}{\pi^2} \cdot \frac{q_{pV}}{\eta \cdot \bar{c}^2 \cdot d} \quad (47)$$

Damit lässt sich die Bedingung für die Art der Strömung umschreiben zu:

$$\frac{q_{pV}}{d} \begin{cases} < 709 \cdot \eta \cdot \bar{c}^2 & \text{Strömung laminar} \\ > 1234 \cdot \eta \cdot \bar{c}^2 & \text{Strömung turbulent} \end{cases} \quad (48)$$

Im Fall *laminarer Strömung* gleiten die einzelnen Schichten aneinander vorbei. Die Reibungskräfte sind proportional zur Geschwindigkeit und zur Viskosität (Zähigkeit) des strömenden Fluids (Newton'scher Ansatz). Aus diesem Ansatz lässt sich – wie in Lehrbüchern zur Strömungslehre gezeigt – folgende Formel (*Hagen-Poiseuille-Formel*) für den Volumenstrom elementar herleiten:

$$\frac{dV}{dt} = \frac{\pi}{128} \cdot \frac{1}{\eta} \cdot \frac{dp}{dl} \cdot d^4 \quad (49)$$

Diese Formel gilt unter der Annahme, dass sich das Volumen eines Fluidelements nicht ändert. Bei der Strömung von Gasen nimmt der Druck entlang der Leitung ab und dementsprechend nimmt das Volumen einer Gasmenge zu. Unter der Annahme, dass die Temperatur entlang des Weges durch Wärmeaustausch mit der Rohrwand konstant bleibt, ist allerdings der pV -Durchfluss q_{pV} konstant. In diesem Fall kann Gl. 49, die für ein kurzes Leitungsstück gilt, über die Länge l der Leitung von der Stelle 1 bis zur Stelle 2 integriert werden und man erhält für den pV -Durchfluss:

$$q_{pV} = \frac{\pi}{256} \cdot \frac{1}{\eta} \cdot \frac{d^4}{l} \cdot (p_1^2 - p_2^2) \quad \text{Kreisrohr, laminare Strömung} \quad (50)$$

und für den Leitwert

$$C = \frac{q_{pV}}{p_1 - p_2} = \frac{\pi}{256} \cdot \frac{1}{\eta} \cdot \frac{d^4}{l} \cdot (p_1 + p_2) \quad \text{Kreisrohr, laminare Strömung} \quad (51)$$

Im Fall *turbulenter Strömung* wird das Strömungsproblem semiempirisch gelöst. Die Temperatur soll wie oben konstant sein. Der Druckabfall dp^* in der Leitung pro Länge dl wird durch folgenden Ansatz beschrieben:

$$\frac{dp}{dl} = \lambda \cdot \frac{1}{2 \cdot d} \cdot \rho \cdot v^2 \quad (52)$$

Hierbei ist λ die sogenannte dimensionslose Rohrreibungszahl und ρ die Dichte des Gases. Die mittlere longitudinale Strömungsgeschwindigkeit v ist einfach das Verhältnis aus Volumenstrom zur Querschnittsfläche (Gl. 46).

Für die Rohrreibungszahl λ wird im Fall von Kreisrohren mit glatter Oberfläche üblicherweise die Formel von Blasius genommen:

$$\lambda = \frac{0,3164}{\sqrt[4]{Re}} = 0,3164 \cdot \sqrt[4]{\frac{\eta}{\rho \cdot v \cdot d}} \quad (53)$$

Gl. 52 und 53 liefern den Druckabfall pro Länge als Funktion der Strömungsgeschwindigkeit. Man kann die Strömungsgeschwindigkeit durch den Durchfluss (Gl. 46) und die Dichte durch den Druck (Gl. 29 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) ersetzen und erhält:

$$\frac{dp}{dl} = \frac{0,3164}{2} \cdot \frac{1}{p} \cdot \sqrt[4]{\frac{8^3 \cdot 4^7}{\pi^{10}} \cdot \frac{1}{d^{19}} \cdot \frac{\eta}{c^6} \cdot q_{pv}^7} \quad (54)$$

Nach Integration des Druckabfalls über die Leitungslänge und Umstellen ergibt sich für den pV -Durchfluss durch ein Kreisrohr mit Durchmesser d und Länge l :

$$q_{pv} = 1,015 \cdot d^{19/7} \cdot \left(\frac{c^6}{\eta} \right)^{1/7} \cdot \left(\frac{p_1^2 - p_2^2}{l} \right)^{4/7} \text{ bei turbulenter Strömung} \quad (55)$$

und für den Leitwert

$$C = 1,015 \cdot d^{19/7} \cdot \left(\frac{c^6}{\eta} \right)^{1/7} \cdot \left(\frac{p_1 + p_2}{l} \right)^{4/7} \cdot (p_1 - p_2)^{-3/7} \text{ bei turbulenter Strömung} \quad (56)$$

Ein Rohr ist dann als glatt anzusehen, wenn die Wandrauigkeiten bei nicht zu großen Reynoldszahlen weniger als 1 % des Durchmessers betragen. Bei rauen Rohren und bei Rohren mit scharfen Krümmungen sind Gasstrom und Leitwert kleiner als mit den obigen Formeln errechnet.

Besondere Beachtung verdient der Ausgangsdruck p_2 der Leitung. Bei laminarer und bei turbulenter Rohrströmung fällt der Druck entlang der Leitung infolge der Wandreibung ab. Bei konstanter Temperatur nehmen somit Volumen des Gases, Volumenstrom und Strömungsgeschwindigkeit zu. Ist nun der Druck p_2 am Ausgang der Leitung genügend klein, so erreicht die Strömungsgeschwindigkeit eine obere Grenze, die Schallgeschwindigkeit a . Bei diesem kritischen Druck p^* tritt Verblockung der Strömung ein. Der Gasdurchfluss erreicht seinen maximalen Wert. Der Druck am Ende der Leitung kann nicht kleiner sein als der kritische Druck. Wird dennoch der Druck im Kessel weiter abgesenkt, so gibt es einen abrupten Druckabfall des ausströmenden Gases nach Ausströmung aus der Leitung im Inneren des

Kessels. Eine Verringerung des Kesseldrucks unter den kritischen Druck bewirkt keine Erhöhung des Durchflusses. Wir wollen nun den kritischen Ausgangsdruck p^* , bei dem Verblockung eintritt, berechnen.

Der maximale pV -Durchfluss beträgt bei der Querschnittsfläche A :

$$q_{pV}^* = p^* \cdot A \cdot a, \quad (57)$$

wobei a die Schallgeschwindigkeit (Gl. 21) ist.

Der pV -Durchfluss durch ein Kreisrohr ist bei laminarer Strömung durch Gl. 50 und bei turbulenter Strömung durch Gl. 55 gegeben. Macht man in diesen Gleichungen die Näherung $p_1^2 - p_2^2 \approx p_1^2$, dann kann man durch Einsetzen des pV -Durchflusses in Gl. 57 und Umstellen der Gleichung den kritischen Druck ausrechnen:

$$p^* = \frac{d^2 \cdot p_1}{64 \cdot \eta \cdot l \cdot a} 12 \text{ kritischer Druck bei laminarer Strömung} \quad (58)$$

$$p^* = 1,92 \cdot \frac{1}{a \cdot d} \cdot \left(\frac{C^6}{\eta} \right)^{\frac{1}{7}} \cdot \left(\frac{d^3 \cdot p_1^2}{2 \cdot l} \right)^{\frac{4}{7}} \text{ kritischer Druck bei turbulenter Strömung} \quad (59)$$

Der maximale Gasstrom q_{pV}^* bei laminarer bzw. turbulenter Strömung durch ein Kreisrohr ergibt sich aus den Gl. 50 bzw. Gl. 55, wenn für den Ausgangsdruck p_2 der kritische Druck p^* nach Gl. 58 bzw. Gl. 59 eingesetzt wird.

2.2 Leitungsströmung von Luft

Wir wollen nun speziell die Strömung von Luft bei 20 °C durch eine Leitung mit kreisförmigem Querschnitt (Durchmesser d) betrachten (Abb. 19) und zugeschneitene Zahlenwertgleichungen ableiten. Der Druck am Eingang der Leitung sei p_1 und der am Ausgang p_2 . Zur Ableitung der Zahlenwertgleichungen verwenden wir folgende Eigenschaften von Luft bei 20 °C:

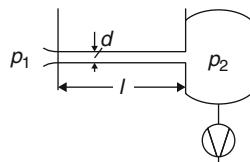


Abb. 19 Strömung in einer Leitung. Es kann unterschieden werden zwischen dem Einlaufbereich, in dem nahezu reibungsfreie Düsenströmung herrscht, und dem langen Leitungsstück, in dem reibungsbehaftete Strömung herrscht

- mittlere thermische Teilchengeschwindigkeit $\bar{c} = 463 \text{ m/s}$
- Viskosität $\eta = 18,2 \cdot 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{s}$
- Ausflussfunktion am kritischen Punkt $\Psi(p^*/p_1) = 0,484$
- Schallgeschwindigkeit $a = 343 \text{ m/s}$

Eine *kurze Leitung* verhält sich wie eine Düse. Der pV -Durchfluss ergibt sich aus Gl. 25. Nimmt man an, dass der Ausgangsdruck kleiner als ungefähr der halbe Eingangsdruck ist ($p_2 < 1/2 \cdot p_1$), liegt verblockte Strömung vor. Hierfür ergibt sich als Zahlenwertgleichung (q_{pV} in mbar · L/s, d in cm, p_1 in mbar):

$$q_{pV} = 15,6 \cdot d^2 \cdot p_1 \text{ verblockte Düsenströmung von Luft} \quad (60)$$

Bei einer *langen Leitung* muss geprüft werden, ob die Strömung laminar oder turbulent ist. Das Kriterium hierfür steht in Gl. 48. Durch Einsetzen erhält man die Zahlenwertgleichung (q_{pV} in mbar · L/s, d in cm):

$$\frac{q_{pV}}{d} \begin{cases} < 277 & \text{Strömung laminar} \\ > 481 & \text{Strömung turbulent} \end{cases} \quad (61)$$

Für *laminare Strömung* ist Gl. 50 anzuwenden. Einsetzen der Werte von Luft liefert folgende Zahlenwertgleichung (q_{pV} in mbar · L/s, p_1 und p_2 in mbar, d und l in cm):

$$\frac{q_{pV}}{d} = 135 \cdot \frac{d^3}{l} \cdot \frac{p_1^2 - p_2^2}{2} \text{ laminare Strömung von Luft} \quad (62)$$

Für *turbulente Strömung* ist Gl. 55 anzuwenden. Einsetzen der Werte von Luft liefert folgende Zahlenwertgleichung (q_{pV} in mbar · L/s, p_1 und p_2 in mbar, d und l in cm):

$$\frac{q_{pV}}{d} = 136 \cdot \left(\frac{d^3}{l} \cdot \frac{p_1^2 - p_2^2}{2} \right)^{4/7} \text{ turbulente Strömung von Luft} \quad (63)$$

Abschließend berechnen wir den kritischen Druck durch Einsetzen in Gl. 58 bzw. Gl. 59 (p^* , p_1 in mbar, d und l in cm):

$$p^* = 2,5 \cdot \frac{d^2 \cdot p_1^2}{l} \text{ kritischer Druck bei laminarer Strömung} \quad (64)$$

$$p^* = 5,1 \cdot \frac{1}{d} \cdot \left(\frac{d^3 \cdot p_1^2}{2 \cdot l} \right)^{4/7} \text{ kritischer Druck bei turbulenter Strömung} \quad (65)$$

Für eine leichte praktische Anwendbarkeit der obigen Formeln sind diese im Nomo-gram (Abb. 20) sowie in den Abb. 21 bis Abb. 23 dargestellt.

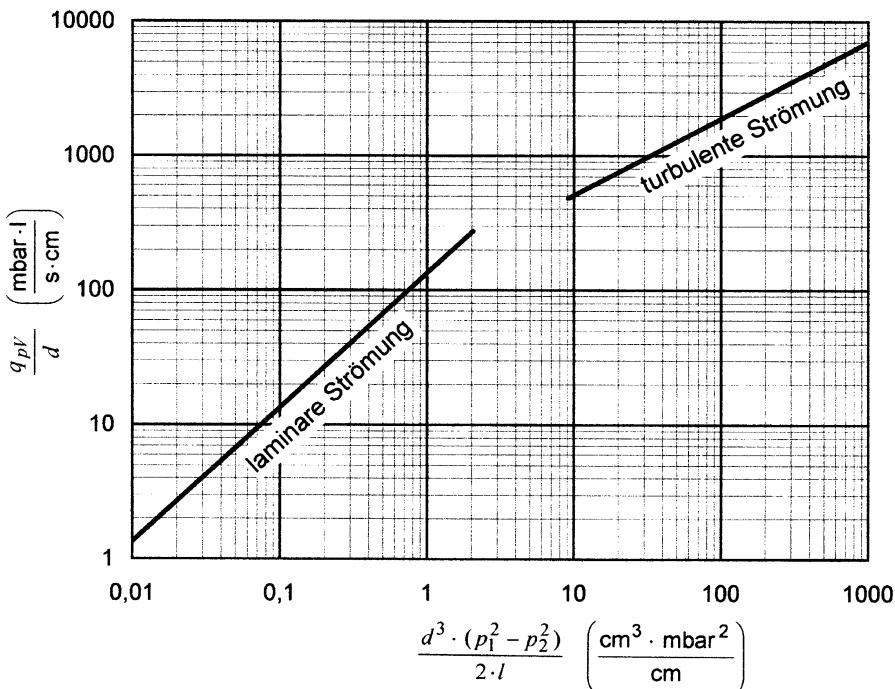


Abb. 20 Nomogramm zur Bestimmung des Luftstroms (20°C) nach den Gleichungen laminare Strömung von Luft (Gl. 62) und turbulente Strömung von Luft (Gl. 63), der durch ein langes Kreisrohr bei vorgegebenen Einlass- und Auslassdrücken strömt

2.3 Lufteinströmung in einen Kessel, Beispiele

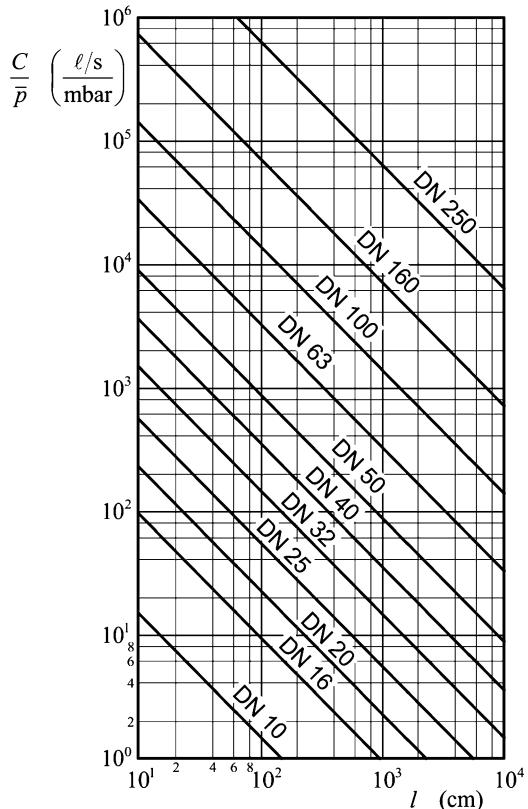
Beispiel 4

Ein Kessel ist über eine Kapillare (Innendurchmesser $d = 1 \text{ mm}$, Länge $l = 10 \text{ m}$) mit der Umgebungsluft verbunden. Der Umgebungsdruck beträgt $p_1 = 1000 \text{ mbar}$, der Kesseldruck $p_2 = 5 \text{ mbar}$. Es soll der Gasstrom berechnet werden.

Eine rasche Lösung ergibt sich mit Hilfe von Abb. 22, das den vorliegenden Fall beinhaltet, nämlich in der zehnten Kurve (NW 1,0) von oben, abzulesen am rechten Bildrand. Aus der Kurvenbeschriftung ergibt sich, dass die Strömung laminar ist, und an der Abszisse liest man ab, dass der pV -Durchfluss knapp $7 \text{ mbar} \cdot \text{L/s}$ beträgt.

Da im allgemeinen Fall kein Bild mit der Lösung zur Verfügung steht, soll die Aufgabe auch „zu Fuß“ mit Hilfe des Nomogramms (Abb. 20) gelöst werden. Zunächst berechnen wir den Abszissenparameter des Nomogramms (Zahlenwertgleichung: d, l in cm, p_1, p_2 in mbar):

Abb. 21 Leitwert C nach Gl. 51 dividiert durch den mittleren Druck $\bar{p} = 1/2(p_1 + p_2)$ bei laminarer Strömung von Luft (20°C) durch Kreisrohre der angegebenen Normweiten (in mm) in Abhängigkeit von der Rohrlänge l



$$\frac{d^3}{2 \cdot l} \cdot (p_1^2 - p_2^2) = \frac{0,1^3}{2 \cdot 1000} \cdot (1000^2 - 5^2) = 0,5 \quad (66)$$

Für diesen Abszissenwert ist nach Abb. 20 die Strömung laminar und man kann an der Ordinate ablesen bzw. mit Gl. 62 berechnen (q_{pV} in mbar · L/s, d in cm):

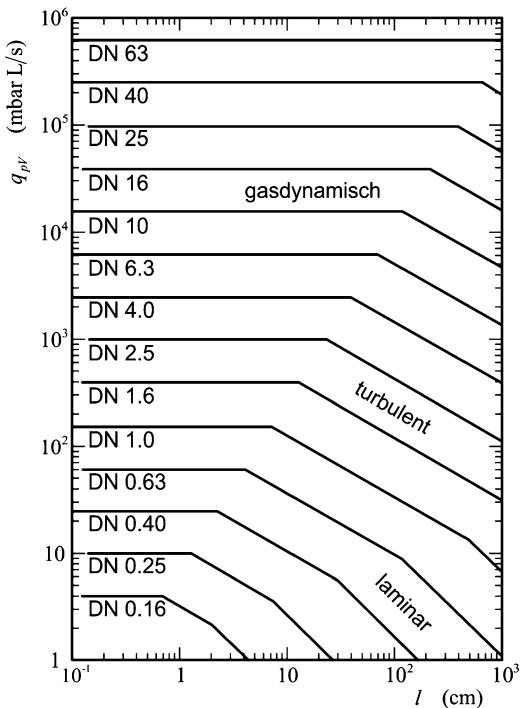
$$\frac{q_{pV}}{d} = 68 \quad (67)$$

Hieraus ergibt sich der pV -Durchfluss:

$$q_{pV} = \frac{q_{pV}}{d} \cdot d = 68 \cdot 0,1 \frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} = 6,8 \frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} \quad (68)$$

Bei Benutzung des Nomogramms (Abb. 20) muss noch geprüft werden, ob die Einlaufströmung in die Leitung einen wesentlichen Einfluss auf den Gasdurchfluss hat. Für verblockte Düsenströmung ergibt sich nach Gl. 60:

Abb. 22 pV -Durchfluss von Luft (20°C) durch Kreisrohre bei einem Eingangsdruck $p_1 = 1000 \text{ mbar}$ und vernachlässigbar kleinem Ausgangsdruck $p_2 = p_1$ als Funktion der Rohrlänge l . Die gasdynamische (verblockte) Strömung wurde nach Gl. 60, die laminare Strömung nach Gl. 62 und die turbulente Strömung nach Gl. 63 berechnet



$$q_{pV} = 15,6 \cdot 0,1^2 \cdot 1000 \text{ mbar} \cdot \text{L/s} = 156 \text{ mbar} \cdot \text{L/s} \quad (69)$$

Da bei der vorgegebenen Öffnung der Leitung der Durchfluss durch eine Düse (Gl. 69) sehr viel größer ist als der durch das Rohr (Gl. 68), hat der Einlauf im vorliegenden Fall praktisch keinen Einfluss auf die Größe des Gasdurchflusses.

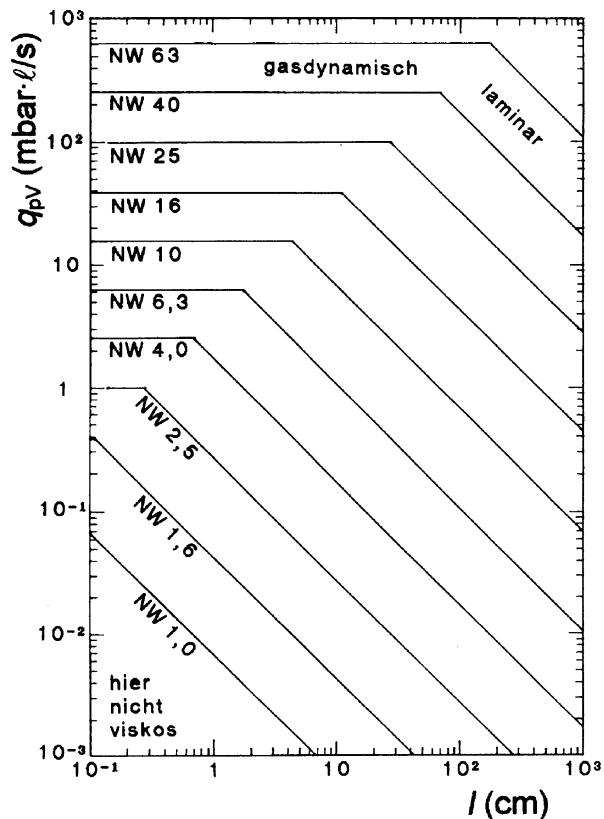
Weiterhin kann man prüfen, ob eine Verblockung der Strömung in der Leitung eintritt. Nach Gl. 64 ergibt sich für den kritischen Druck bei laminarer Strömung:

$$p^* = 2,5 \cdot \frac{0,1^2 \cdot 1000^2}{1000} \text{ mbar} = 25 \text{ mbar} \quad (70)$$

Da der kritische Druck (25 mbar) größer als der Kesseldruck (5 mbar) ist, kommt es tatsächlich zur Verblockung. In diesem Fall beträgt der Druck am Rohrausgang 25 mbar und erst nach Austritt des Gases aus dem Rohr erfolgt die Expansion im Kessel auf den Kesseldruck. Zur Berechnung des Durchflusses müsste somit in Gl. 66 für den Auslassdruck p_2 korrekterweise nicht der Kesseldruck, sondern der Druck am Rohrausgang eingesetzt werden (siehe Abschn. 2.1). Da aber der Druck am Rohrausgang klein gegen den Druck am Rohreingang ist, hat das praktisch keinen Einfluss auf den pV -Durchfluss durch das Rohr.

Abschließend prüfen wir, ob im gesamten Rohr viskose Strömung vorliegt. Nach den Gl. 2 und 3 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“ muss dann folgende Bedingung erfüllt sein:

Abb. 23 Wie Abb. 22, jedoch bei einem Eingangsdruck $p_1 = 1 \text{ mbar}$



$$\text{Kn} = \frac{\pi}{4} \cdot \frac{\bar{c} \cdot \eta}{p \cdot d} < 0,01 \quad (71)$$

Hieraus ergibt sich folgende Bedingung an den Druck:

$$p > 25 \cdot \pi \cdot \frac{\bar{c} \cdot \eta}{d} = 25\pi \frac{463 \text{ m/s} \cdot 18,2 \cdot 10^{-6} \text{ Pa s}}{10^{-3} \text{ m}} = 662 \text{ Pa} \quad (72)$$

Im vorliegenden Fall lautet die Bedingung $p^* < 7 \text{ mbar}$ (700 Pa), was über die gesamte Rohrlänge erfüllt ist.

Beispiel 5

Die Luft in Nähe eines chemischen Reaktors wird kontinuierlich auf bestimmte Schadstoffe mittels eines laseroptischen Detektors, der bei einigen mbar Druck arbeitet, überwacht. Hierzu wird im sogenannten Schnüffelbetrieb die Umgebungsluft ($p_1 = 1000 \text{ mbar}$) über eine Leitung (Innendurchmesser

$d = 2 \text{ mm}$, Länge $l = 12 \text{ m}$) in den Detektor gesaugt, der seinerseits von einer Verdrängerpumpe mit Nennsaugvermögen $S_N = 18 \text{ m}^3/\text{h} = 5 \text{ L/s}$ gepumpt wird (Abb. 19). Wie groß ist der sich stationär im Detektor einstellende Druck?

Im stationären Fall sind der in den Detektor einströmende Luftstrom und der von der Pumpe geförderte Luftstrom gleich. Der geförderte Luftstrom wird üblicherweise als Pumpensaugvermögen, also als Volumenstrom q_V , angegeben, und hängt vom Druck ab, siehe Abb. 24.

Zur Lösung der Aufgabe bietet es sich an, den einströmenden Luftstrom ebenfalls als Volumenstrom anzugeben. Zeichnet man in Abb. 24 den Volumenstrom durch die Leitung als Funktion des Detektordrucks zusätzlich ein, so gibt der Schnittpunkt der Kurven den gesuchten stationären Arbeitspunkt. Da nicht bekannt ist, ob die Leitungsströmung laminar oder turbulent ist, müssen beide Fälle durchgerechnet werden.

a) Laminare Strömung der einströmenden Luft

Den pV -Durchfluss finden wir aus Gl. 62. Der maximale Durchfluss ergibt sich bei kleinem Detektordruck $p_2^2 = p_1^2$ (q_{pV} in mbar L/s, p_1 in mbar, d und l in cm):

$$q_{pV,\max} = 135 \cdot \frac{d^4}{l} \cdot \frac{p_1^2}{2} = 135 \cdot \frac{0,2^4}{1200} \cdot \frac{(10^3)^2}{2} = 90 \left[\frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} \right] \quad (73)$$

Der zugehörige Volumenstrom $q_V = q_{pV,\max}/p_1$ ist in der logarithmischen Darstellung von Abb. 24 eine fallende 45° -Gerade. Bei größer werdenden Detektordrücken p_2 wird q_{pV} kleiner als der maximale Wert. Aus Gl. 62 sieht man, dass q_{pV} für $p_2 = 100 \text{ mbar}$ um 1 % kleiner ist als für $p_2 = 0$. Wenn der Detektordruck p_2 gegen den Umgebungsdruck p_1 geht, nähert sich die Kurve asymptotisch der Senkrechten bei $p_2 = p_1 = 1000 \text{ mbar}$. Der Kurvenverlauf in diesem Bereich ist in Abb. 24 frei Hand gezeichnet.

Der kritische Detektordruck p_2 , bei dem Verblockung eintritt, ergibt sich nach Gl. 64 zu (p^* , p_1 in mbar, d und l in cm):

$$p^* = 2,5 \cdot \frac{d^2}{l} \cdot p_1^2 = 2,5 \cdot \frac{0,2^2}{1200} \cdot (10^3)^2 \text{ mbar} = 83 \text{ [mbar]} \quad (74)$$

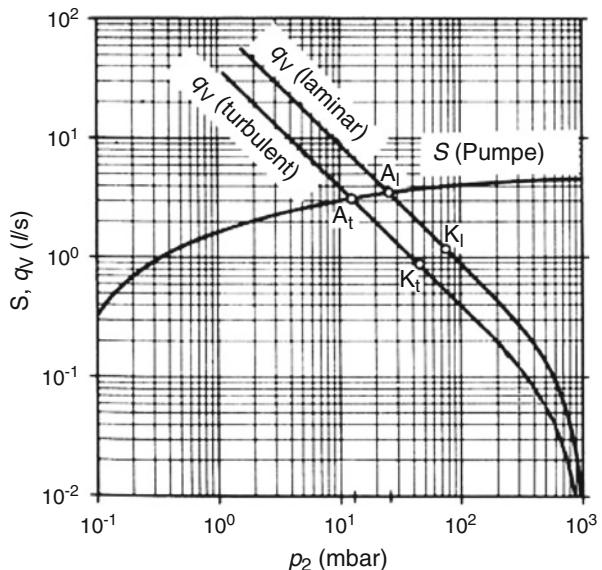
Dieser Druckwert ist in Abb. 24 durch den Punkt K_L gekennzeichnet. Bei Drücken $p_2 < 83 \text{ mbar}$ liegt somit Verblockung vor. Wegen $p_1^2 - p^2 \approx p_1^2$ ist dennoch nach Gl. 62 der tatsächliche Gasstrom praktisch gleich dem oben ausgerechneten maximalen Gasstrom.

Der Schnittpunkt der Kurven für das Saugvermögen S der Pumpe und dem durch die Leitung in den Detektor eintretenden Volumenstrom q_V liefert den stationären Detektordruck $p_2 = 26 \text{ mbar}$ (Arbeitspunkt A_1).

b) Turbulente Strömung der einströmenden Luft

Den pV -Durchfluss finden wir aus Gl. 63. Der maximale Durchfluss ergibt sich bei kleinem Detektordruck $p_2^2 \ll p_1^2$ (q_{pV} in mbar · L/s, p_1 in mbar, d und l in cm):

Abb. 24 Saugvermögen und einströmender Volumenstrom als Funktion des Detektordrucks im Beispiel 4.8. A kennzeichnet den stationären Arbeitspunkt und K den kritischen Punkt, jeweils bei laminarer bzw. turbulenter Strömung



$$\begin{aligned} q_{pV, \max} &= 136 \cdot d \cdot \left(\frac{d^3}{l} \cdot \frac{p_1^2}{2} \right)^{4/7} = 136 \cdot 0,2 \cdot \left(\frac{0,2^3}{1200} \cdot \frac{1000^2}{2} \right)^{4/7} \\ &= 54 \left[\frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} \right] \end{aligned} \quad (75)$$

Der entsprechende Volumenstrom ist in Abb. 24 eingetragen. Der kritische Detektordruck p_2 , bei dem Verblockung eintritt, ergibt sich nach Gl. 65 zu (p^* , p_1 in mbar, d und l in cm):

$$\begin{aligned} p^* &= 5,1 \cdot \frac{1}{d} \cdot \left(\frac{d^3}{l} \cdot \frac{p_1^2}{2} \right)^{4/7} = 5,1 \cdot \frac{1}{0,2} \cdot \left(\frac{0,2^3}{1200} \cdot \frac{1000^2}{2} \right)^{4/7} \\ &= 51 [\text{mbar}] \end{aligned} \quad (76)$$

Der entsprechende Punkt ist mit K_t markiert, der Schnittpunkt der beiden Kurven von S und q_V liegt bei 13 mbar. Auch in diesem Fall liegt Verblockung vor, die kaum Einfluss auf den Gasstrom hat.

c) Art der Strömung

Zur Abschätzung von Einlaufeffekten berechnen wir den Gasstrom durch eine Düse gleichen Querschnitts (Gl. 60) (q_{pV} in mbar · L/s, p_1 in mbar, d in cm):

$$q_{pV} = 15,6 \cdot d^2 \cdot p_1 = 15,6 \cdot 0,2^2 \cdot 1000 = 624 \left[\frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} \right] \quad (77)$$

Dieser Wert ist wesentlich größer als der Durchfluss bei laminarer oder turbulenten Strömung, so dass Einlaufeffekte hier vernachlässigbar sind.

Die Entscheidung, ob die Strömung laminar oder turbulent ist, liefert die Reynolds-Zahl bzw. der Abszissenparameter im Nomogramm (Abb. 20). Der Abszissenparameter hat den Wert (p_1, p_2 in mbar, d und l cm):

$$\frac{d^3}{l} \cdot \frac{p_1^2 - p_2^2}{2} \approx \frac{d^3}{l} \cdot \frac{p_1^2}{2} = \frac{0,2^3}{1200} \cdot \frac{1000^2}{2} = 3,3 \quad (78)$$

Die Strömung liegt somit im Übergangsgebiet zwischen laminar und turbulent, wo sich das Verhalten nur ungenau angeben lässt. Der Detektordruck wird also zwischen 13 und 25 mbar liegen.

2.4 Rohr in der Ansaugleitung einer Pumpe, Beispiele

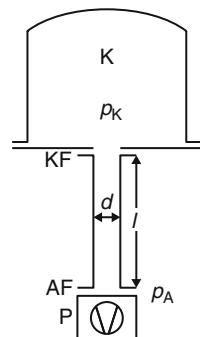
Ein Kessel, in dem der Druck p_K herrscht, wird über ein Rohr der Länge l und des Durchmessers d durch eine Pumpe mit Saugvermögen S , an deren Anschlussflansch der Druck p_A herrscht, ausgepumpt (Abb. 25). Infolge des Strömungswiderstandes des Rohres (Leitwert C) ist das am Kessel vorhandene effektive Saugvermögen S_{eff} kleiner als das Pumpensaugvermögen S . Wie bereits in ► Abschn. 1.2 von Kap. 6, „Strömung von Gasen“ abgeleitet, gilt:

$$\frac{S_{\text{eff}}}{S} = \frac{p_A}{p_K} = \frac{C}{C + S} = \frac{1}{1 + S/C} \quad (79)$$

Der Leitwert C des Rohres hängt von den Drücken p_A und p_K ab. Wir wollen nun das Druckverhältnis p_K/p_A für die Fälle laminarer und turbulenten Strömung in einem Kreisrohr berechnen.

Nimmt man laminare bzw. turbulente Strömung durch ein Kreisrohr an, so ist der Leitwert C durch Gl. 51 bzw. Gl. 56 gegeben. Durch Einsetzen dieses Leitwerts in Gl. 79 und einigen Umformungen erhält man für das Druckverhältnis:

Abb. 25 Pumpen eines Kessels über eine Rohrleitung



$$\frac{p_K}{p_A} = \sqrt{1 + \frac{256\eta l}{\pi d^4} \cdot \frac{S}{p_A}} \text{ bei laminarer Strömung} \quad (80)$$

$$\frac{p_K}{p_A} = \sqrt{1 + 0,974 \cdot l \cdot \left(\frac{\eta \cdot S^7}{d^{19} \cdot \bar{c}^6 \cdot p_A} \right)^{\frac{1}{4}}} \text{ bei turbulenter Strömung} \quad (81)$$

Die beiden obigen Gleichungen können für Luft von 20°C ($\eta = 18,2 \cdot 10^6 \text{ Pa} \cdot \text{s}$, $\bar{c} = 463 \text{ m/s}$) als zugeschnittene Zahlenwertgleichungen geschrieben werden (p_K und p_A in mbar, S in L/s, d und l in cm).

$$\frac{p_K}{p_A} = \sqrt{1 + 0,0148 \cdot \frac{l}{d^4} \cdot \frac{S}{p_A}} \text{ bei laminarer Strömung von Luft} \quad (82)$$

$$\frac{p_K}{p_A} = \sqrt{1 + 0,00036 \cdot l \cdot \left(\frac{S^7}{d^{19} \cdot p_A} \right)^{\frac{1}{4}}} \text{ bei turbulenter Strömung von Luft} \quad (83)$$

Beispiel 6

Eine Pumpe mit dem Saugvermögen $S = 18 \text{ m}^3/\text{h}$ saugt bei einem Druck $p_A = 3 \text{ mbar}$ durch ein Rohr mit Durchmesser $d = 25 \text{ mm}$ (wie der Pumpenflansch) und Länge $l = 2 \text{ m}$ aus einem Kessel Luft der Temperatur $\vartheta = 20^\circ\text{C}$ an. Wie groß ist das wirksame Saugvermögen S_K am Kesselflansch?

Zunächst prüfen wir, ob die Einlaufströmung in die Rohrleitung wichtig ist, d. h., ob Verblockung auftritt. Der maximale pV -Durchfluss, der von der Pumpe gefördert wird, ergibt sich, wenn die Pumpe direkt an den Kessel angeschlossen wird:

$$q_{pV} = p_A \cdot S = 3 \text{ mbar} \cdot 5 \text{ L/s} = 15 \text{ mbar} \cdot \text{L/s} \quad (84)$$

Der verblockte Blendenstrom beträgt nach Gl. 60 (q_{pV} in mbar · L/s, p_1 in mbar, d in cm):

$$q_{pV} = 15,6 \cdot d^2 \cdot p_1 = 15,6 \cdot 2,5^2 \cdot 3 = 292[\text{mbar} \cdot \text{L/s}] \quad (85)$$

Der Förderstrom der Pumpe ist wesentlich kleiner als der maximale Blendenstrom. Somit hat die Einlaufströmung praktisch keinen Effekt auf den Gasdurchfluss und wir können die Formeln für Reibungsströmung benutzen. Wir prüfen nun, ob die Strömung laminar oder turbulent ist. Hierzu verwenden wir das Kriterium der Reynoldszahl, wie in Gl. 61 ausgeschrieben. Für den pV -Durchfluss nehmen wir die maximale Fördermenge der Pumpe (q_{pV} in mbar · L/s, d in cm>):

$$\frac{q_{pV}}{d} = \frac{15}{2,5} = 6 \quad (86)$$

Dieser Wert ist kleiner als 277, die Strömung ist somit laminar.

Mit Gl. 82 kann das Druckverhältnis berechnet werden:

$$\frac{p_K}{p_A} = \sqrt{1 + 0,0148 \cdot \frac{200}{2,5^4} \cdot \frac{5}{3}} = 1,061 \quad (87)$$

Mit Gl. 79 folgt für das effektive Saugvermögen am Kessel:

$$S_{\text{eff}} = \frac{p_A}{p_K} \cdot S = \frac{1}{1,061} \cdot 18 \frac{\text{m}^3}{\text{h}} = 17,0 \frac{\text{m}^3}{\text{h}} \quad (88)$$

Das Beispiel zeigt, dass im Grobvakuumbereich ($> 1 \text{ mbar}$) der Strömungswiderstand vernünftig gewählter Leitungen vernachlässigbar ist. Das Saugvermögen vieler Pumpen ist über einen gewissen Druckbereich nur wenig abhängig vom Druck. Dagegen ist der Leitwert von Rohren sowohl bei laminarer als auch bei turbulenter Strömung abhängig vom Druck und zwar nimmt der Strömungswiderstand mit kleiner werdendem Druck zu. Die Folge hiervon ist, dass eine Leitung zwischen Kessel und Pumpe bei Atmosphärendruck das Saugvermögen meist nur unwesentlich verringert, während bei kleinen Drücken das wirksame Saugvermögen erheblich reduziert wird.

Soll das Saugvermögen einer Pumpe durch die Ansaugleitung um nicht mehr als 10 % gedrosselt werden (90 % Pumpenausnutzung), dann darf das Verhältnis S_{eff}/S den Wert 0,9 nicht unterschreiten und das Verhältnis p_K/p_A den Wert 1,11 nicht überschreiten. Aus Gl. 82 bzw. Gl. 83 folgt für die maximal zulässige Länge der Ansaugleitung (zugeschnittene Zahlenwertgleichung, S in L/s, p_A in mbar, l und d in cm):

$$l > 16 \cdot \frac{d^4}{S} \cdot p_A \text{ bei laminarer Luftströmung, d. h. } \frac{p_A \cdot S}{d} < 277 \quad (89)$$

$$l < 650 \cdot \frac{d^5}{S^2} \cdot \sqrt[4]{\frac{p_A \cdot S}{d}} \text{ bei turbulenter Luftströmung, d. h. } \frac{p_A \cdot S}{d} > 481 \quad (90)$$

Beispiel 7

Eine Verdrängerpumpe mit Saugvermögen $S = 72 \text{ m}^3/\text{h}$ soll über ein Ansaugrohr mit Durchmesser $d = 40 \text{ mm}$ mit einem Vakuumkessel verbunden werden. Wie lang darf dieses Rohr höchstens sein, wenn die Pumpe zu 90 % ausgenutzt werden soll, wobei der niedrigste Ansaugdruck im Fall a) 700 mbar und im Fall b) 1 mbar beträgt?

Fall a): Der pV -Durchfluss beim niedrigsten Ansaugdruck beträgt

$$q_{pV} = p_A \cdot S = 700 \text{ mbar} \cdot 20 \frac{\text{L}}{\text{s}} = 14.000 \frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} \quad (91)$$

Damit ergibt die Kontrolle auf Art der Strömung gemäß Gl. 61 (q_{pV} in mbar · L/s, d in cm):

$$\frac{q_{pV}}{d} = \frac{14.000}{4} = 3500 > 481 \quad (92)$$

Die Strömung ist demnach turbulent. Zur Berechnung der Länge ist Gl. 90 zu verwenden. Man erhält

$$l < 650 \cdot \frac{4^5}{20^2} \cdot \sqrt[4]{\frac{700 \cdot 20}{4}} = 12.800 \text{ [cm]}, \text{ also } l_{\max} = 128 \text{ m} \quad (93)$$

Fall b): Die Rechnung erfolgt analog zum Fall a).

Die Strömung ist laminar und die maximal zulässige Länge ist $l_{\max} = 2 \text{ m}$.

2.5 Strömung durch Leitungen mit nicht-kreisförmigem Querschnitt

Bisher wurden Strömungsvorgänge in Leitungen mit kreisförmigem Querschnitt betrachtet. Hier wird der Querschnitt durch den Durchmesser d beschrieben. Hat der Querschnitt einer Leitung eine andere Form, so kann man als charakteristische Länge zur Kennzeichnung des Querschnitts den *hydraulischen Durchmesser* d_h durch folgende Definition einführen:

$$d_h = 4 \cdot \frac{\text{Querschnittsfläche der Leitung}}{\text{Umfang der Leitung}} \quad (94)$$

Im Folgenden werden Leitungen mit den Querschnitten Kreis, Ringspalt und Rechteck genauer betrachtet (Abb. 26).

Bei kreisförmigem Querschnitt ist der hydraulische Durchmesser gleich dem geometrischen. Bei ringspaltförmigem Querschnitt ergibt sich für den hydraulischen Durchmesser:

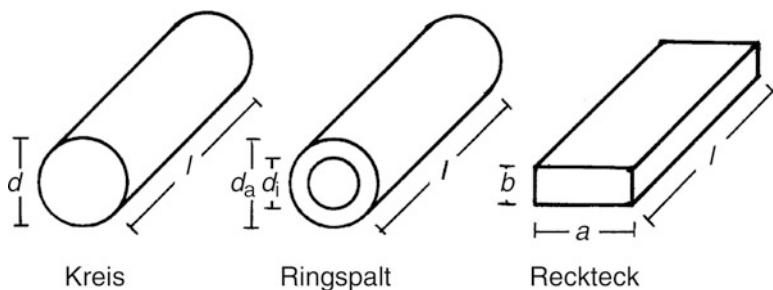


Abb. 26 Leitungen mit verschiedenen Querschnitten

$$d_h = 4 \cdot \frac{\frac{\pi}{4} \cdot d_a^2 - \frac{\pi}{4} \cdot d_i^2}{\pi \cdot d_a + \pi \cdot d_i} = d_a - d_i \text{ ringspaltförmiger Querschnitt} \quad (95)$$

Bei rechteckförmigem Querschnitt (Fläche $a \times b$) ist der hydraulische Durchmesser:

$$d_h = 4 \cdot \frac{a \cdot b}{2 \cdot (a + b)} = \frac{2 \cdot a \cdot b}{a + b} \text{ rechteckförmiger Querschnitt} \quad (96)$$

Die Reynolds-Zahl, die eine Unterscheidung zwischen laminarer und turbulenten Strömung erlaubt, kann nach Gl. 4 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“ berechnet werden, wobei für die Größe d der hydraulische Durchmesser d_h eingesetzt wird.

Im Fall *laminarer Strömung* lassen sich die Strömungsleitwerte einiger Leitungen auf elementare Weise aus der Definition der Viskosität η herleiten. Im Abschn. 2.1 wurde bereits der Strömungsleitwert eines Kreisrohrs (Durchmesser d) angegeben (Gl. 51):

$$C = \frac{\pi}{256} \cdot \frac{1}{\eta} \cdot \frac{d^4}{l} \cdot (p_1 + p_2) \text{ Kreisrohr, laminare Strömung}$$

Für den *Ringspalt* zwischen zwei konzentrischen Kreisrohren (Durchmesser d_a und d_i) ergibt sich:

$$C = \frac{\pi}{256} \cdot \frac{1}{\eta \cdot l} \cdot \left[d_a^4 - d_i^4 - \frac{(d_a^2 - d_i^2)^2}{\ln \frac{d_a}{d_i}} \right] \cdot (p_1 + p_2) \text{ Ringspalt, laminare Strömung} \quad (97)$$

Ebenfalls auf elementare Weise lässt sich der Strömungsleitwert eines *engen Spalts* mit rechteckförmigem Querschnitt (Fläche $a \times b$, wobei $a \gg b$) berechnen:

$$C = \frac{1}{24} \cdot \frac{1}{\eta} \cdot \frac{a \cdot b^3}{l} \cdot (p_1 + p_2) \text{ enger Spalt, laminare Strömung} \quad (98)$$

Diese Formel kann für eine beliebige Leitung mit *rechteckförmigem Querschnitt* (Fläche $a \times b$, wobei $a \geq b$) verallgemeinert werden:

$$C = \frac{1}{24} \cdot \frac{1}{\eta} \cdot \frac{a \cdot b^3}{l} \cdot (p_1 + p_2) \cdot \left[1 - \frac{192 \cdot b}{\pi^5 \cdot a} \cdot \sum_{n=1,3,5,\dots}^{\infty} \frac{1}{n^5} \cdot \tanh \left(\frac{\pi \cdot n}{2} \cdot \frac{a}{b} \right) \right] \quad (99)$$

Rechteckrohr, laminare Strömung

Die Reihe konvergiert schnell, aber die Berechnung der Terme ist mühsam. Eine gute Näherung, die für $a = b$ und für $a \gg b$ exakt ist und sonst einen maximalen Fehler von 3 % ergibt, ist die folgende Formel:

$$C \approx \frac{1}{24} \cdot \frac{1}{\eta} \cdot \frac{a^3 \cdot b^3 \cdot (p_1 + p_2)}{l \cdot (a^2 + b^2 + 0,371 \cdot a \cdot b)} \text{ Rechteckrohr, laminare Strömung} \quad (100)$$

Im Fall *turbulenter Strömung* wurde der Strömungsleitwert eines Kreisrohrs bereits im Abschn. 2.1 angegeben (Gl. 56).

$$C \approx d^{\frac{19}{7}} \cdot \left(\frac{\bar{c}^6}{\eta} \right)^{\frac{1}{7}} \cdot \left(\frac{p_1 + p_2}{l} \right)^{\frac{4}{7}} \cdot (p_1 - p_2)^{-\frac{3}{7}} \text{ Kreisrohr, turbulente Strömung}$$

Bei nicht-kreisförmigem Querschnitt kann man den Strömungsleitwert C_x einer Leitung dadurch abschätzen, dass man dieses Rohr durch ein geeignet gewähltes kreisförmiges Rohr annähert, das z. B. den gleichen hydraulischen Durchmesser hat, und dessen Strömungsleitwert berechnet.

2.6 Gasartabhängigkeit der Strömung

Oben wurden die Formeln zur Berechnung der Strömung häufig in zwei Formen angegeben: als Größengleichung für beliebiges Fluid und als zugeschnittene Zahlenwertgleichung für Luft von 20 °C. Benötigt man Formeln für andere Gase und Temperaturen, so kann man auf die Formeln für Luft zurückgreifen und eine entsprechende Skalierung anwenden. Für die Strömung wichtig sind folgende Eigenschaften des Gases:

Die Viskosität η bestimmt das Reibungsverhalten und damit die Strömungsgeschwindigkeit bei reibungsbehafteter Strömung. Die Viskosität ist im viskosen Bereich nahezu unabhängig vom Druck und nimmt näherungsweise mit T^ω zu wobei $0,66 \leq \omega \leq 1,1$ gemäß Tab. A.1 in [3].

Die Geschwindigkeit \bar{c} der thermischen Teilchenbewegung bestimmt direkt die Strömungsgeschwindigkeit bei gasdynamischer Strömung. Diese Geschwindigkeit ist proportional zur Wurzel aus der thermodynamischen Temperatur T und umgekehrt proportional zur Wurzel aus der Teilchenmasse m_T .

Die Wärmekapazität des Gases geht in den Isentropenexponent κ ein. Dieser beeinflusst das Strömungsverhalten bei gasdynamischer Strömung: Ein Gas mit kleiner Wärmekapazität kühlt sich bei Expansion stärker ab als ein Gas mit großer Wärmekapazität. Die Abkühlung wirkt sich auf Volumen und Teilchengeschwindigkeit und somit auch auf das Strömungsverhalten aus. Die Abhängigkeit des Durchflusses und des Leitwerts vom Isentropenexponent steckt in der Ausflussfunktion Ψ .

Das Skalierungsverhalten bei verschiedenen Strömungsformen ist in Tab. 2 zusammengestellt.

Tab. 2 Abhängigkeit der viskosen Strömung von den Eigenschaften des Fluids

Strömungsart	Skalierungsverhalten von Durchfluss q_{pV} und Leitwert C
gasdynamisch	proportional zu $\bar{c} \cdot \Psi_K$
laminar	proportional zu $1/\eta$
turbulent	proportional zu $c^{-6/7}/\eta^{1/7}$

Beispielsweise gilt bei *laminarer Strömung* durch ein Bauteil beliebiger Geometrie für verschiedene Gase unter gleichen Bedingungen (Leitungsabmessungen, Drücken am Eingang und Ausgang):

$$q_{pV} \propto \frac{1}{\eta} \quad \text{bzw.} \quad q_{pV}(\text{bel. Gas}) = q_{pV}(\text{Luft}) \cdot \frac{\eta(\text{Luft})}{\eta(\text{bel. Gas})} \quad (101)$$

Vergleicht man die pV -Durchflüsse durch eine Kapillare, in der laminare Strömung herrscht, für die Gase Helium und Luft bei 20 °C, so ergibt sich

$$q_{pV}(\text{Helium}) = q_{pV}(\text{Luft}) \cdot \frac{18,2 \cdot 10^{-6} \text{Pa} \cdot \text{s}}{19,6 \cdot 10^{-6} \text{Pa} \cdot \text{s}} = q_{pV}(\text{Luft}) \cdot 0,93 \quad (102)$$

Der pV -Durchfluss ist bei Helium 7 % kleiner als bei Luft.

Literatur

1. Schade, H., Kunz, E.: Strömungslehre. Walter de Gruyter, Berlin (1989)
2. Bohl, W.: Technische Strömungslehre. Vogel-Verlag, Würzburg (1991)
3. Bird, G.A.: Molecular Gas Dynamics and the Direct Simulation of Gas Flows. University Press, Oxford (1994)

Weiterführende Literatur

Umfangreiche Darstellung der Gasströmung in der Vakuumtechnik

4. Lafferty, J.M.: Foundations of Vacuum Science and Technology. Wiley, New York (1998). Kapitel 2
5. O'Hanlon, J.F.: A User's Guide to Vacuum Technology. 3. Aufl. Wiley, New York (2003). Kapitel 3 und Anhang B4
6. Siehe [1]
7. Jitschin, W.: Vakuum-Lexikon. Wiley-VCH, Weinheim (1999)

Gasdynamische Strömung

8. Siehe [1]
9. Siehe [2]
10. Becker, E.: Gasdynamik. Teubner, Stuttgart (1965)
11. Sauer, R.: Einführung in die theoretische Gasdynamik. Springer, Berlin (1960)



Molekulare Strömung von Gasen

8

Karl Jousten

Zusammenfassung

Die molekulare Strömungsform ist im Hoch- und Ultrahochvakuum anzuwenden. Die Gasteilchen stoßen nicht miteinander, ihre Flugbahn wird durch die Geometrie und die Oberflächeneigenschaften der Vakuumwände bestimmt. Das Konzept der Durchlaufwahrscheinlichkeit ist sehr geeignet, um die Leitwerte von Vakuumbauteilen bei molekularer Strömung zu berechnen.

1 Strömungsform, Begriffe, Durchlaufwahrscheinlichkeit

Im Hoch- und Ultrahochvakuum ist die mittlere freie Weglänge \bar{l} der Gasteilchen groß gegenüber der Querausdehnung d der Leitung, es gilt also für die Knudsenzahl $Kn = \bar{l}/d \gg 0,5$. Das bedeutet, dass die Gasteilchen bei der „Strömung“ durch eine Blende ohne Zusammenstöße untereinander die Blende passieren und dass bei der „Strömung“ durch eine Leitung ein einzelnes Teilchen sehr viel häufiger mit der Rohrwand stößt als mit einem anderen Teilchen.

Da die Bewegung vieler Gasteilchen durch ein Bauteil (Blende, Leitung) statistisch erfolgt, bietet sich zur rechnerischen Beschreibung der molekularen Strömung durch ein Bauteil das Konzept der Durchlaufwahrscheinlichkeit P an. Man macht hierbei die Annahme, dass ein an kommendes Gasteilchen zunächst die Eintrittsfläche eines Bauteils durchfliegt und sich dann im Bauteil weiterbewegt. Dort vollführt es eine Vielzahl von Stößen und verlässt schließlich das Bauteil entweder an der Austrittsfläche oder an der ursprünglichen Eintrittsfläche. Als *Durchlaufwahrscheinlichkeit* P bezeichnet man die Wahrscheinlichkeit, dass ein Gasteilchen, das die Eintrittsfläche eines Bauteils passiert hat, an der Austrittsfläche des Bauteils

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

austritt. In der Praxis hat man es immer mit einer großen Anzahl von Teilchen zu tun, so dass man über viele Teilchen mitteln kann und den Teilchenstrom (also die Teilchen/Zeit) betrachtet:

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{am Ausgang austretender} \\ \text{Teilchenstrom } q_{N_2} \end{array} \right\} = \left\{ \begin{array}{l} \text{am Eingang eintretender} \\ \text{Teilchenstrom } q_{N_1} \end{array} \right\} \cdot \left\{ \begin{array}{l} \text{Durchlaufwahr-} \\ \text{scheinlichkeit } P \end{array} \right\} \quad (1)$$

Zunächst soll die Richtungsverteilung der Gasteilchen bei Molekularströmung durch eine dünne *Blende* B betrachtet werden, die sich zwischen zwei Kesseln K_1 und K_2 befindet. Die Kessel sollen so groß und so geformt sein, dass die Geschwindigkeitsverteilung der Gasteilchen völlig isotrop ist (Abb. 1).

Ein Strom von Gasteilchen, die von links senkrecht auf die rechte Wand des Kessels K_1 treffen (Abb. 1), wird auf der vollen Fläche der Blendenöffnung A durchgelassen. Dagegen wird ein Strom von Gasteilchen, der unter einem Winkel ϑ gegen die Senkrechte auftrifft, nur von einer Fläche $A \cdot \cos \vartheta$ durchgelassen. Als Folge ist die Winkelverteilung der aus der Blende austretenden Teilchen eine *Cosinus-Verteilung* (Abb. 2).

Im Kessel K_1 sollen der Druck p_1 und die Teilchenanzahl dichte n_1 herrschen, im Kessel K_2 soll dagegen ideales Vakuum sein. Unter diesen Bedingungen ergibt sich die Anzahl der pro Zeit auf die Öffnungsfläche A auftreffenden Teilchen, also der Teilchenstrom q_N zu

$$q_N = j_N \cdot A = \frac{1}{4} \cdot n_1 \cdot \bar{v}_1 \cdot A \quad (2)$$

Abb. 1 Molekularströmung durch eine dünne Blende, die sich zwischen zwei Kesseln befindet

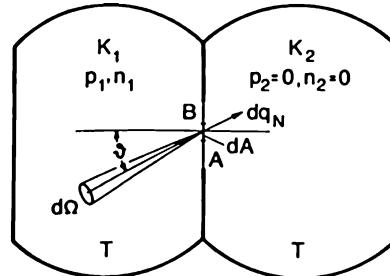


Abb. 2 Winkelverteilung der durch eine dünne Blende hindurchgehenden Teilchen

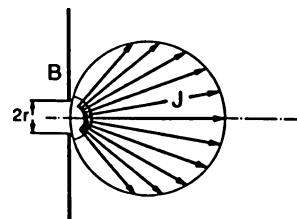


Abb. 3 Molekularströmung durch ein kurzes Rohr, das sich zwischen zwei Kesseln befindet

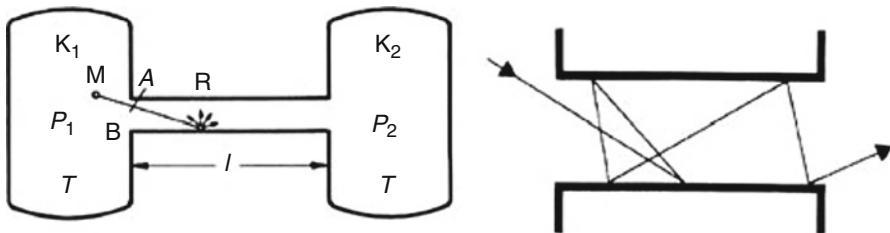
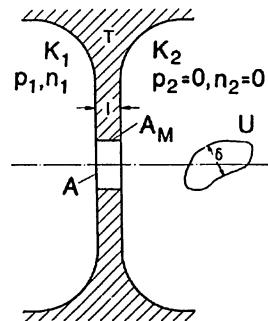


Abb. 4 Molekularströmung durch ein langes Rohr zwischen zwei Kesseln

Hier bezeichnen j_N die Flächenstoßrate (Gl. 45 in ► Kap. 3, „[Gasgesetze und kinetische Gastheorie](#)“) und \bar{c}_1 die thermische Teilchengeschwindigkeit (Gl. 43 ebenfalls in ► Kap. 3, „[Gasgesetze und kinetische Gastheorie](#)“) im Kessel K_1 .

Wir wollen nun die Blende durch eine Rohrleitung endlicher Länge ersetzen und wieder die Winkelverteilung der hindurchgehenden Teilchen betrachten. Zunächst sei die Länge l der Leitung kurz gegen ihre Querausdehnung (also den Durchmesser bei einem Kreisrohr), siehe Abb. 3.

Alle Gasteilchen, die genau senkrecht auf die Eintrittsfläche treffen, passieren das Rohr und treten an der Austrittsfläche aus, d. h., bei diesen Teilchen ist die Durchlaufwahrscheinlichkeit $P = 1$. Von den Gasteilchen, die schräg die Eintrittsfläche passieren, treffen einige auf die Rohrwand, von der sie wieder emittiert werden. Experimentelle Untersuchungen des Wandstoßes haben ergeben, dass bei technischen Oberflächen die Emission in guter Näherung diffus ist. Das bedeutet, dass die Richtung eines von der Wand emittierten Teilchens praktisch nicht mehr vom ursprünglichen Auftreffwinkel abhängt und einer Cosinus-Verteilung folgt. Ein von der Wand emittiertes Teilchen wird sich daher mit gleicher Wahrscheinlichkeit in und gegen Strömungsrichtung bewegen und somit entweder an der Austrittfläche oder an der Eintrittsfläche austreten.

Nun kommen wir zu dem Fall, dass die Länge der Leitung größer als ihre Querausdehnung ist (Abb. 4). In diesem Fall werden viele der Teilchen, die einen Wandstoß gemacht haben, wiederum auf die Wand treffen und erneut emittiert werden. Insbesondere bei langen Rohren kann ein Teilchen zahlreiche Wandstöße machen.

Für jeden einzelnen Stoß gilt, dass das Teilchen sich nach dem Stoß näherungsweise mit gleicher Wahrscheinlichkeit vorwärts oder rückwärts zur Strömungsrichtung bewegt. Ist das Rohr genügend lang, so erreichen insgesamt nur wenige Teilchen die Austrittsöffnung, die meisten erleiden viele Wandstöße und kehren zur Eintrittsöffnung zurück.

Die Wegstrecke, die ein Teilchen stoßfrei in der Leitung zurücklegt, ist umso größer, je besser die Bewegungsrichtung des Teilchens in der Strömungsrichtung liegt. Als Folge hiervon treten aus der Austrittsfläche der Leitung hauptsächlich Teilchen mit Richtung senkrecht zur Austrittsfläche aus. Im Gegensatz hierzu werden praktisch keine Teilchen mit Richtung senkrecht zur Eintrittsfläche zurückkommen.

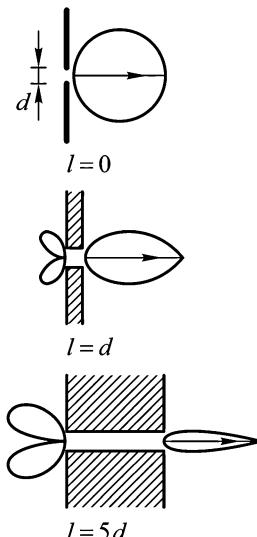
Quantitative Berechnungen der Winkelverteilung der bei einem Kreisrohr aus Austritts- und Eintrittsfläche austretenden Teilchen unter Annahme diffuser Wandreflexion wurden von *P. Clausing* (1930) durchgeführt und sind in Abb. 5 gezeigt.

Wir wollen nun einige Begriffe einführen. Der vom Kessel K_1 in den Kessel K_2 strömende Teilchenstrom war bereits in Gl. 1 angegeben worden. Herrscht auch im Kessel K_2 ein endlicher Druck, so gibt es einen entgegengesetzt gerichteten Teilchenstrom vom Kessel K_2 in den Kessel K_1 . Der Netto-Teilchenstrom ist dann

$$q_N = \frac{1}{4} \cdot n_1 \cdot \bar{c}_1 \cdot A \cdot P_{12} - \frac{1}{4} \cdot n_2 \cdot \bar{c}_2 \cdot A \cdot P_{21} \quad (3)$$

wenn sich die einander entgegenlaufenden Teilchenströme nicht stören, was im Gebiet der Molekularströmung der Fall ist. Im vorliegenden Fall einer Rohrleitung konstanten Querschnitts ist die Durchlaufwahrscheinlichkeit P_{12} von Kessel K_1 nach Kessel K_2 aus Symmetriegründen die gleiche wie die Durchlaufwahrscheinlichkeit P_{21} von Kessel K_2 nach Kessel K_1 , so dass man den Index bei P weglassen kann.

Abb. 5 Molekularströmung durch ein Kreisrohr. Die Teilchen treffen von links auf die Öffnung. Gezeigt ist die Winkelverteilung der durchtretenden und zurückkommenden Gasteilchen bei verschiedenen Werten des Verhältnisses von Rohrlänge l zu Durchmesser d des Kreisrohrs



Ferner nehmen wir noch an, dass sich in beiden Kesseln das gleiche Gas befindet und beide Kessel die gleiche Temperatur haben und somit gilt $\bar{c}_1 = \bar{c}_2 = \bar{c}$. Dann ergibt sich für den Nettostrom durch das Rohr:

$$q_N = \frac{\bar{c}}{4} \cdot A \cdot P \cdot (n_1 - n_2) \text{ Teilchenstrom} \quad (4)$$

$$q_{pV} = \frac{\bar{c}}{4} \cdot A \cdot P \cdot (p_1 - p_2) pV\text{-Strom, } pV\text{-Durchfluss} \quad (5)$$

$$q_m = \frac{2}{\pi} \cdot \frac{1}{\bar{c}} \cdot A \cdot P \cdot (p_1 - p_2) \text{ Massenstrom} \quad (6)$$

Hieraus ergibt sich der Strömungsleitwert C entsprechend der Definitionsgleichung zu

$$C = \frac{q_N}{n_1 - n_2} = \frac{q_{pV}}{p_1 - p_2} = \frac{\bar{c}}{4} \cdot A \cdot P \quad [C] = \frac{\text{m}^3}{\text{s}} \quad (7)$$

Der Strömungswiderstand R ist gerade der Kehrwert des Strömungsleitwerts C :

$$R = \frac{1}{C} = \frac{4}{\bar{c}} \cdot \frac{1}{A \cdot P} \quad [R] = \frac{\text{s}}{\text{m}^3} \quad (8)$$

Der Leitwert eines Bauelements hängt von seinem Einbau ab. Befindet sich das Bauelement – wie oben angenommen – zwischen zwei sehr großen Kesseln, so strömt das Gas mit isotroper Richtungsverteilung der Geschwindigkeiten in das Bauelement ein. Man nennt den sich für diesen Fall ergebenden Leitwert Eigenleitwert oder auch *charakteristischen Strömungsleitwert* (DIN 28400, Teil 1).

Befindet sich das Bauelement dagegen eingebaut in einer Leitung, so herrscht in der Regel an der Eintrittsfläche des Bauelements bereits eine gerichtete Teilchenströmung, bei der die Richtung senkrecht zur Fläche bevorzugt ist („Strahlbildung“), siehe auch Abb. 5. In diesem Fall gelangen die Gasteilchen besser durch das Bauteil als im Fall isotroper Einströmung. Man nennt den sich ergebenden Leitwert Einbauleitwert oder *reduzierter Leitwert*.

2 Molekulare Strömung durch eine Blende

Bei einer dünnen Blende (Leitung der Länge Null) ist die Durchlaufwahrscheinlichkeit $P = 1$, unabhängig von der Form der Öffnung (Querschnitt). Damit ergibt sich der charakteristische Strömungsleitwert nach Gl. 7 zu:

$$C_B = \frac{\bar{c}}{4} \cdot A \quad (9)$$

Speziell für Luft von 20 °C (Teilchengeschwindigkeit $\bar{c} = 463 \text{ m/s}$) beträgt der charakteristische Strömungsleitwert:

Tab. 1 Strömungsleitwerte von Blenden, deren Öffnung den lichten Weiten genormter Flansche entspricht

Nennweite, Angabe als DN (diamètre nominale) ohne Einheit gemäß DIN 2402/ISO 3445	Tatsächlicher Innendurchmesser (mm) nach DIN 28403/ISO 2861 DIN 28404/ISO 1609	Leitwert C_B einer dünnen Blende bei Molekularströmung von Luft bei 20 °C (L/s)
10	10	9,1
16	16	23,3
20	21	40,1
25	24	52,4
32	34	105
40	41	153
50	51	237
63	70	446
80	83	627
100	102	947
125	127	1468
160	153	2130
200	213	4129
250	261	6199
320	318	9202
400	400	14.560
500	501	22.840
630	630 oder 651	38.570
800	800	58.240
1000	1000	91.000

$$C_B = 11,6 \frac{\text{L}}{\text{s}} \text{ für Luft von } 20^\circ\text{C, Öffnungsfläche } 1 \text{ cm}^2 \quad (10)$$

$$C_B = 9,1 \frac{\text{L}}{\text{s}} \text{ für Luft von } 20^\circ\text{C, Kreisöffnung mit Durchmesser } 1 \text{ cm} \quad (11)$$

Für die Öffnungen genormter Flansche sind die Leitwerte in Tab. 1 angegeben.

Zur Berechnung des Strömungsleitwerts für andere Gase und Temperaturen entnimmt man \bar{c} aus Tab. 3.8 oder berechnet den Wert nach Gl. 43 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“. Der Strömungsleitwert ist proportional zur Wurzel aus der thermodynamischen Temperatur und umgekehrt proportional zur Wurzel aus der Teilchenmasse (Tab. 2):

$$C_B \propto \sqrt{\frac{T}{m_T}} \quad (12)$$

Dieses Verhalten gilt nicht nur für die Blende, sondern allgemein im molekularen Strömungsbereich, da die Durchlaufwahrscheinlichkeit P nur von der Geometrie des Bauelements abhängt (unter der Annahme diffuser Emission nach Wandstoß).

Tab. 2 Strömungsleitwert für beliebiges Gas bezogen auf den Strömungsleitwert für Luft bei Molekularströmung

Gas	Relative Teilchenmasse	$C(\text{Gas})/C(\text{Luft})$
H ₂	2	3,8
He	4	2,7
H ₂ O	18	1,27
Luft	29	1,00
Ar	40	0,85
CO ₂	44	0,81

Beispiel 1

Zwei Kessel sind durch eine dünne Blende mit Durchmesser $d = 2 \text{ cm}$ getrennt (vgl. Abb. 1). In den Kesseln befindet sich Argon der Temperatur 20°C , die Drücke betragen $p_1 = 0,1 \text{ Pa}$ und $p_2 = 0,01 \text{ Pa}$. Gesucht ist der Netto- pV -Durchfluss durch die Blende.

Die Lösung erfolgt mit Gl. 5:

$$\begin{aligned} q_{pV} &= \frac{\bar{c}}{4} \cdot A \cdot (p_1 - p_2) = \frac{394 \text{ m/s}}{4} \cdot \frac{\pi}{4} \cdot (0,02 \text{ m})^2 \cdot (0,1 \text{ Pa} - 0,01 \text{ Pa}) \\ &= 2,8 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Pa} \cdot \text{m}^3}{\text{s}} = 0,028 \frac{\text{mbar} \cdot \text{L}}{\text{s}} \end{aligned} \quad (13)$$

3 Molekulare Strömung durch Leitung gleichbleibenden Querschnitts

Im vorigen Abschnitt wurde der Leitwert C_B einer dünnen Blende (Rohr der Länge $l = 0$) berechnet. Nun betrachten wir eine gerade Rohrleitung beliebigen Querschnitts in den beiden Grenzfällen kleiner Länge und sehr großer Länge.

Die Anzahl der auf die Eintrittsöffnung der Fläche A pro Zeit auftreffenden Gasteilchen ist gegeben durch

$$q_{N,A} = j_N \cdot A = \frac{1}{4} \cdot n_1 \cdot \bar{c}_1 \cdot A \quad (14)$$

Bei einem kurzen Rohr (Länge klein gegenüber der Querausdehnung) werden einige der Gasteilchen, die die Eintrittsöffnung passiert haben, im Rohrrinneren auf die Mantelfläche A_M treffen (Abb. 3). Deren Anzahl pro Zeit ergibt sich zu:

$$q_{N,M} = \frac{1}{2} \cdot \frac{1}{4} \cdot n_1 \cdot \bar{c}_1 \cdot A_M \quad (15)$$

Der Faktor 1/2 in der Gleichung berücksichtigt, dass die Auftreffrate auf die Mantelfläche des Rohrs gerade halb so groß ist wie die auf die Innenfläche des Kessels, da

Teilchen nur von einem Halbraum auf die Mantelfläche auftreffen. Bei diffuser Reflexion wird eine Hälfte der auf die Mantelfläche fallenden Teilchen in Rückwärtsrichtung emittiert und tritt wieder aus der Eintrittsfläche aus. Damit ergibt sich als Netto-Teilchenstrom durch die dünne Blende:

$$\begin{aligned} q_{N,B} &= q_{N,A} - \frac{1}{2} \cdot q_{N,M} = \frac{1}{4} \cdot n_1 \cdot \bar{c}_1 \cdot A - \frac{1}{2} \cdot \frac{1}{2} \cdot \frac{1}{4} \cdot n_1 \cdot \bar{c}_1 \cdot A_M \\ &= \frac{1}{4} \cdot n_1 \cdot \bar{c}_1 \cdot A \cdot \left(1 - \frac{A_M}{4 \cdot A} \right) \end{aligned} \quad (16)$$

Der Klammerausdruck in Gl. 16 entspricht der Durchlaufwahrscheinlichkeit:

$$P_{\text{kurzes Rohr}} = 1 - \frac{A_M}{4 \cdot A} \quad \text{kurze Rohrleitung} \quad (17)$$

Bei einem *langem Rohr* (Länge groß gegenüber der Querausdehnung) kann die Durchlaufwahrscheinlichkeit mit einer von M. Smoluchowski (1910) angegebenen Formel berechnet werden:

$$P_{\text{langes Rohr}} = \frac{1}{4 \cdot l \cdot A} \cdot \int_s ds \int_{-\pi/2}^{+\pi/2} d\theta b^2 \cdot \cos \theta \quad \text{lange Rohrleitung} \quad (18)$$

Hier sind l Länge und A Querschnittsfläche der Leitung. Die Integration über s geht über den Rand (Umfang) der Querschnittsfläche. $b(\theta)$ ist die Weglänge, die ein von einem Wandpunkt emittiertes Teilchen zurücklegt, bis es wieder auf die Wand stößt. θ ist der Winkel zwischen Teilchenbahn b und Umfangsstück ds . Gl. 18 gilt allgemein und erlaubt die Berechnung der Durchlaufwahrscheinlichkeit von Rohren mit beliebigen Querschnitten. Die Ausrechnung der Integrale ist mühsam. Für eine grobe Abschätzung der Größenordnung wollen wir die Wegstrecke b näherungsweise gleich dem (hydraulischen) Durchmesser d der Leitung setzen. Dann lässt sich die Integration einfach durchführen:

$$\begin{aligned} P_{\text{langes Rohr}} &\approx \frac{1}{4 \cdot l \cdot \frac{\pi}{4} \cdot d^2} \cdot \int_s ds \int_{-\pi/2}^{+\pi/2} d\theta d^2 \cdot \cos \theta = \frac{1}{\pi \cdot l} \cdot \int_s ds \int_{-\pi/2}^{+\pi/2} d\theta \cos \theta \\ &= \frac{1}{\pi \cdot l} \cdot \pi \cdot d \cdot 2 = 2 \cdot \frac{d}{l} \end{aligned} \quad (19)$$

Bei einer langen Leitung beliebiger konstanter Querschnittsfläche ist somit die Durchlaufwahrscheinlichkeit proportional zum Verhältnis aus hydraulischem Durchmesser und Länge, wobei der Proportionalitätsfaktor von der Geometrie der Querschnittsfläche abhängt.

Schwieriger ist es, die Durchlaufwahrscheinlichkeit einer Leitung *mittlerer Länge* auszurechnen. In grober Näherung kann man eine Hintereinanderschaltung einer Blende und eines langen Rohres annehmen:

$$\frac{1}{P} \approx \frac{1}{P_B} + \frac{1}{P_{\text{langes Rohr}}} \approx 1 + \frac{1}{P_{\text{langes Rohr}}} \quad \text{Rohrleitung beliebiger Länge} \quad (20)$$

Diese Formel gibt die beiden Grenzfälle eines sehr kurzen und eines langen Rohres korrekt wieder, kann aber – je nach Querschnittsgeometrie – um 10 % und mehr falsch sein bei mittleren Längen, bei denen sich die Strömung von der Einlaufströmung (isotrope Winkelverteilung der eintretenden Teilchen) zur reinen Rohrströmung (Teilchengeschwindigkeiten bevorzugt in Strömungsrichtung) entwickelt.

Exakte Rechnungen der Strömung in einem Rohr beliebiger Länge wurden von Knudsen (1909), Smoluchowski (1910), Clausing (1932) u. a. durchgeführt. Die analytische Durchrechnung liefert Integrale, die numerisch ausgewertet werden. Heutzutage kann man die Durchlaufwahrscheinlichkeit auch mit statistischen Methoden ermitteln (siehe ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“ und ► Kap. 10, „Strömung von Gasen durch Rohre und Blenden“): Bei der sogenannten *Monte-Carlo-Simulation* berechnet ein Computerprogramm die Bahnen einzelner Gasteilchen, die statistisch verteilt in eine Leitung eintreten und nach jedem Wandstoß statistisch in verschiedene Richtungen gemäß dem Cosinus-Gesetz emittiert werden. Die statistische Verteilung wird mit Hilfe eines Zufallszahlengenerators erzeugt. Mit heutigen PCs können – je nach Geometrie des Bauteils in Zeiten von Minuten – die Bahnen sehr vieler Gasteilchen (1 Million und mehr) durch eine Leitung durchgerechnet und so die Durchlaufwahrscheinlichkeit mit guter statistischer Genauigkeit bestimmt werden. Üblicherweise liegen sowohl den exakten Rechnungen als auch den Computer-Simulationen folgende Annahmen bei molekularer Strömung zugrunde:

- stationäre Strömung
- keine gegenseitigen Teilchenstöße
- isotrope Einströmung
- diffuse Winkelverteilung nach Wandstoß (Cosinus-Gesetz)

Rohre mit einfacher Geometrie sind gut geeignet, analytische und statistische Berechnungen der Durchlaufwahrscheinlichkeit zu testen. Beide Lösungswege führen zum gleichen Ergebnis. Abweichende Ergebnisse einiger Publikationen sind durch Rechenfehler oder abweichende Annahmen verursacht. Bei technischen Bauelementen mit komplizierter Form (z. B. Ventil) ist die Berechnung der Durchlaufwahrscheinlichkeit nur durch statistische Methoden möglich.

Der charakteristische Strömungsleitwert eines Bauteils ergibt sich als Produkt des Blendeneitwerts C_B der Eintrittsöffnung und der Durchtrittswahrscheinlichkeit P :

$$C = C_B \cdot P \quad (21)$$

4 Molekulare Strömung durch Kreisrohr

Es wird die Durchlaufwahrscheinlichkeit P_K einer Rohrleitung mit kreisförmigem Querschnitt (Durchmesser d , Länge l) betrachtet.

Für ein *kurzes* Kreisrohr erhält man die Durchlaufwahrscheinlichkeit aus Gl. 17:

$$P_{K, \text{kurzes Rohr}} = 1 - \frac{A_M}{4 \cdot A} = 1 - \frac{l}{d} \quad (22)$$

Für ein *langes* Kreisrohr muss Gl. 18 exakt gelöst werden. Man erhält als Ergebnis:

$$P_{K, \text{langes Rohr}} = \frac{4}{3} \cdot \frac{d}{l} \quad (23)$$

Bei einem Kreisrohr *mittlerer Länge* ergibt die Näherungsformel (Gl. 20) einen fehlerhaften Wert, der bei $l/d \approx 2$ maximal und um ca. 13 % zu groß ist. Man kann die numerischen Ergebnisse von analytischen und statistischen Rechnungen durch eine analytische, durch Probieren gefundene Funktion annähern, wobei der relative Fehler bei beliebiger Länge unter 0,6 % bleibt:

$$P_K = \frac{14 + 4 \frac{l}{d}}{14 + 18 \frac{l}{d} + 3 \left(\frac{l}{d} \right)^2} \quad \text{Kreisrohr, beliebige Länge} \quad (24)$$

Aus der Durchlaufwahrscheinlichkeit P ergibt sich der charakteristische Strömungsleitwert durch Multiplikation mit dem Blendenleitwert C_B (Gl. 9):

$$\begin{aligned} C_K &= C_B \cdot P_K \\ &= \frac{\pi}{16} \cdot \bar{c} \cdot d^2 \cdot \frac{14 + 4 \frac{l}{d}}{14 + 18 \frac{l}{d} + 3 \left(\frac{l}{d} \right)^2} \quad \text{Kreisrohr, beliebige Länge} \end{aligned} \quad (25)$$

Es sei noch einmal darauf hingewiesen, dass die angegebenen Durchlaufwahrscheinlichkeiten unter der Annahme isotroper Einströmung gelten. Das ist der Fall, wenn sich am Eingang und am Ausgang der Leitungen große Kessel befinden.

Abb. 6 zeigt den charakteristischen Strömungsleitwert von Kreisrohren mit genormten Nennweiten für Luft bei 20 °C. Die Durchlaufwahrscheinlichkeit P_K von Kreisrohren wird in Abb. 7 gezeigt.

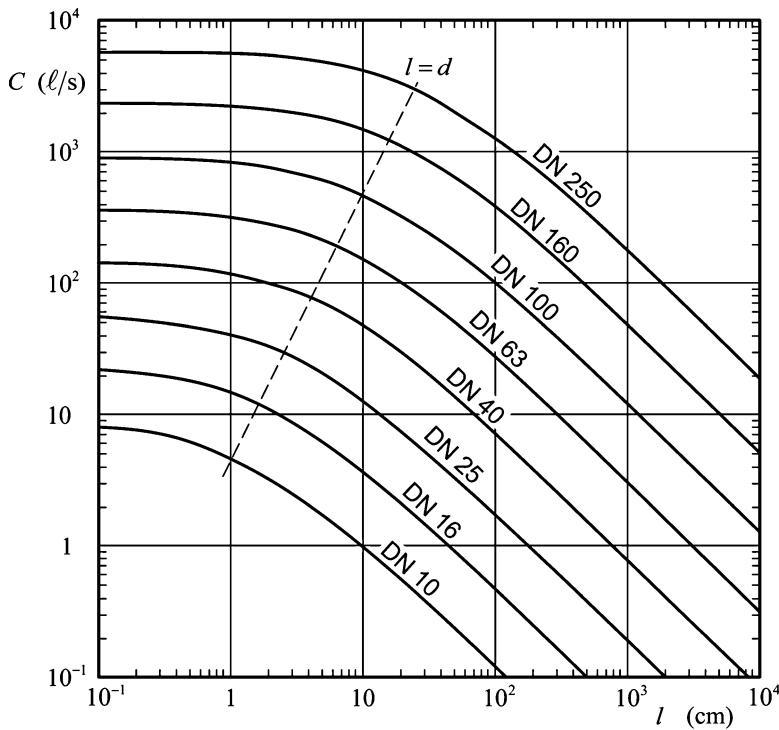


Abb. 6 Charakteristischer Strömungsleitwert von Kreisrohren mit genormten Nennweiten (Angabe in Millimetern) bei Molekularströmung von Luft bei 20 °C; berechnet gemäß Gl. 25

5 Molekulare Strömung durch Leitungen einfachen Querschnitts

Für die Durchtrittswahrscheinlichkeit von Leitungen mit einfachem Querschnitt finden sich in der Literatur teilweise analytische Formeln, die häufig recht umfangreich sind, sowie umfangreiche Datentabellen (siehe z. B. [1]). Für praktische Anwendungen mit einer Genauigkeit im Prozentbereich kann man die Werte bequemer aus Bildern ablesen. Im Folgenden sind einige einfache analytische Näherungsformeln sowie Bilder angegeben.

Für Kreisrohre zeigt Abb. 6 den charakteristischen Strömungsleitwert und Abb. 7 die Durchlaufwahrscheinlichkeit.

Die Durchtrittswahrscheinlichkeit eines *engen Spalts* (Höhe b sehr viel kleiner als Weite a) kann näherungsweise (Fehler <1 %) durch folgende Formel beschrieben werden

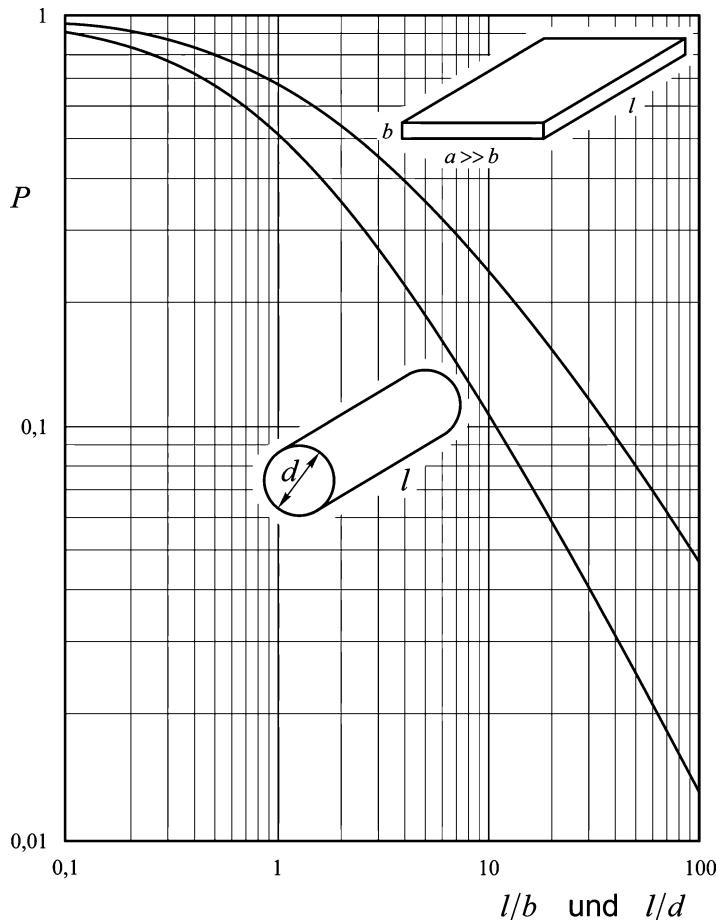


Abb. 7 Durchlaufwahrscheinlichkeit eines engen Spalts (obere Kurve) gemäß Gl. 26 und eines Kreisrohrs (untere Kurve) gemäß Gl. 24 bei Molekularströmung als Funktion der Länge

$$P = \frac{1 + \ln(0,433 \cdot l/b + 1)}{l/b + 1} \quad (26)$$

Hierbei sind b die Spalthöhe und l die Länge. Diese Formel ist in Abb. 7 und 8 jeweils in der obersten Kurve dargestellt.

Die Durchtrittswahrscheinlichkeit einer Leitung mit *rechteckförmigem Querschnitt* (bei $a = b$ quadratisch) ist in Abb. 8 gezeigt.

Die Durchtrittswahrscheinlichkeit eines *Ringspalts* (Zwischenraum zwischen zwei koaxialen Rohren mit den Radien r_a und r_i) ist in Abb. 9 gezeigt. Der

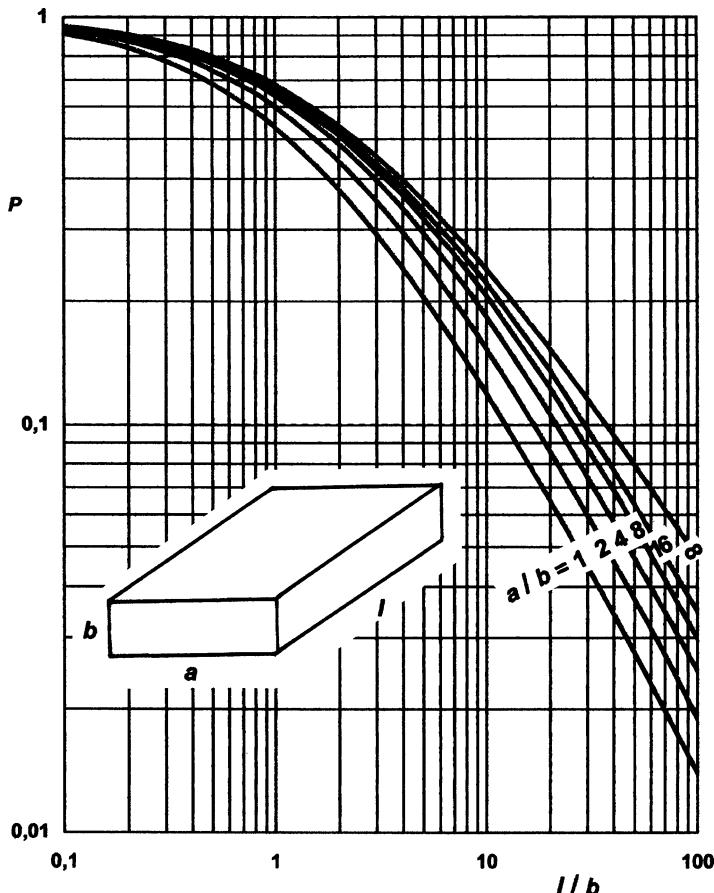


Abb. 8 Durchlaufwahrscheinlichkeit einer Leitung mit rechteckförmigem Querschnitt (verschiedene Seitenverhältnisse) bei Molekularströmung als Funktion der Länge

Ringspalt geht im Grenzfall $r_i/r_a \rightarrow 0$ gegen ein Kreisrohr mit $d = 2 r_a$ und im Grenzfall $r_i/r_a \rightarrow 1$ gegen einen engen Spalt mit $b = r_a - r_i$ und $a = \pi(r_a + r_i)$.

6 Rohrbogen und Rohrknie

In Verbindungsleitungen werden auch Rohrbögen und Kniestücke eingebaut (Abb. 10). Ein derartiges Bauteil hat näherungsweise die gleiche Durchlaufwahrscheinlichkeit wie ein gerades Rohrstück, das gleichen Querschnitt und gleiche Achslänge besitzt.

Für einfache Geometrien, wie z. B. ein 90° Winkelstück mit kreisförmigen Rohrstücken, sind Berechnungen der Durchlaufwahrscheinlichkeit mittels Monte-Carlo-Simulation verfügbar (Abb. 11).

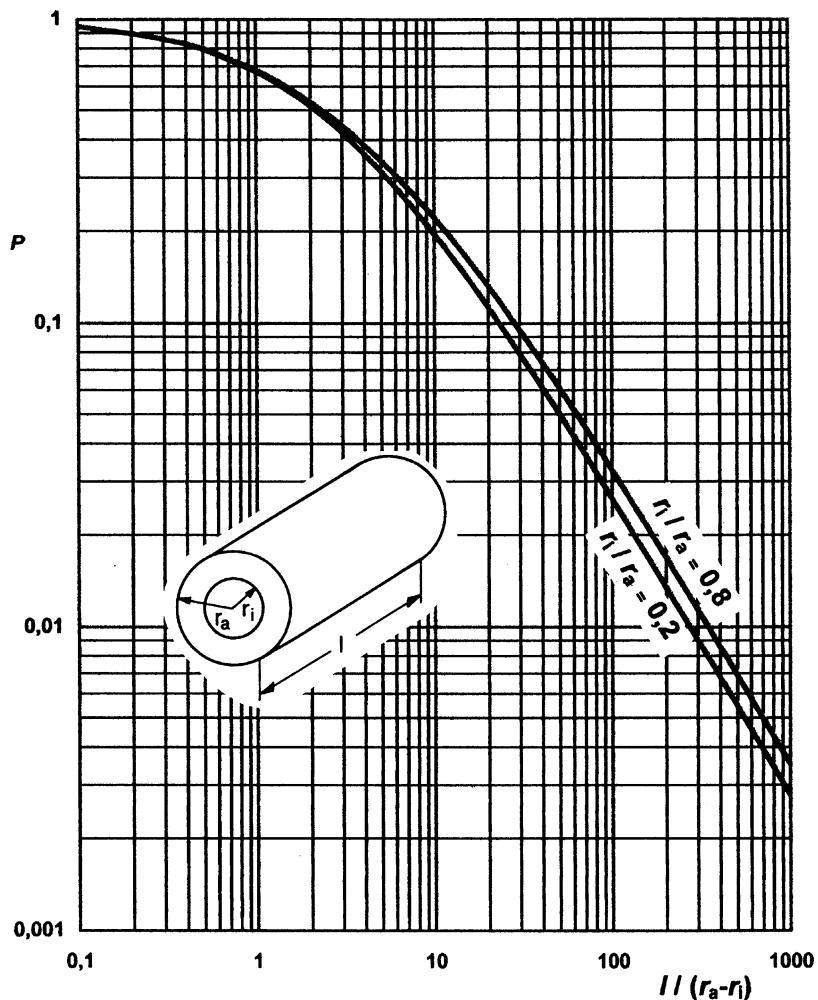
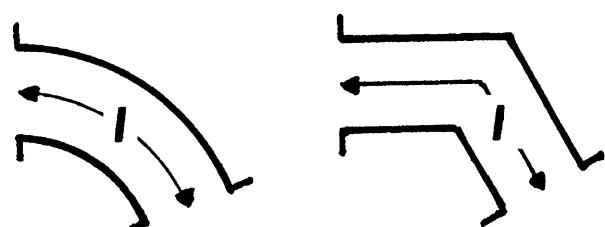


Abb. 9 Durchlaufwahrscheinlichkeit einer Leitung mit ringkreisförmigem Querschnitt (koaxiales Doppelrohr) mit verschiedenen Radienverhältnissen bei Molekularströmung als Funktion der Länge

Abb. 10 Achslänge l bei einem Rohrbogen und einem abgewinkelten Rohrknie

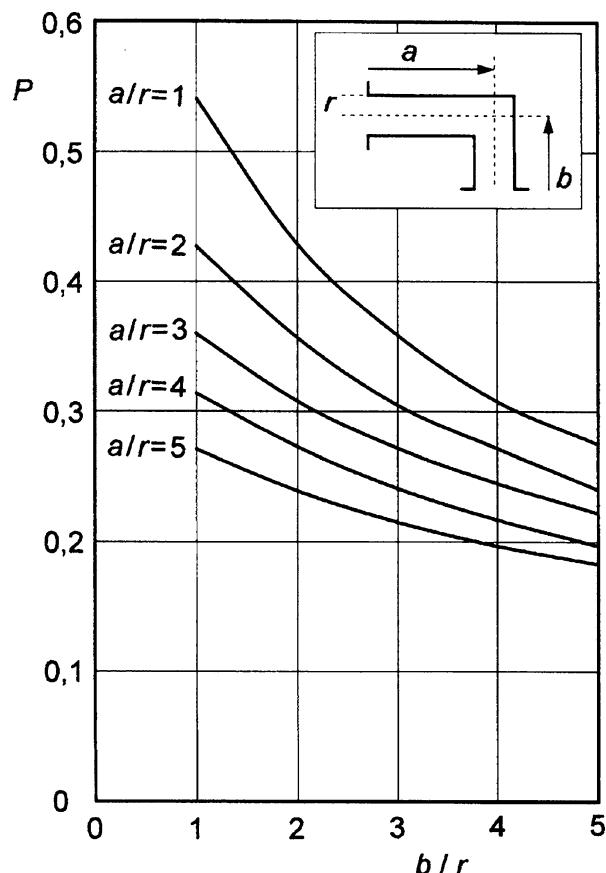


Beispiel 2

Zwei Vakuumkessel sollen durch eine Leitung mit kreisförmigem Querschnitt der Nennweite DN 25 ($d = 25 \text{ mm}$) unter einem Winkel von 90° verbunden werden. Der Winkel hat das für die Nennweite übliche Kantmaß $a = b = 50 \text{ mm}$.

1. **Fall:** Es wird ein Rohrbogen verwendet. Die wirksame Länge ist $1/4$ eines Vollkreises mit Krümmungsradius 50 mm und beträgt $l = 1/2 \cdot \pi \cdot r_K = 79 \text{ mm}$. Das Verhältnis l/d hat den Wert $79/25 = 3,16$. Wie man aus Gl. 24 errechnet bzw. aus Abb. 7 abliest, ist die Durchlaufwahrscheinlichkeit $P = 26,4 \%$.
2. **Fall:** Es wird ein Rohrknie verwendet. Die wirksame Rohrlänge ist gleich der summierten Kantenlänge, also 100 mm . Das Verhältnis l/d hat den Wert $100/25 = 4$. Wie man aus Gl. 24 errechnet bzw. aus Abb. 7 abliest, ist die Durchlaufwahrscheinlichkeit $P = 22,4 \%$. Das exakte Ergebnis der Monte-Carlo-Simulation (Abb. 11) im vorliegenden Fall ($a/r = b/r = 50/12,5 = 4$) ist $P = 24 \% \pm 1 \%$ (Ableseunsicherheit des Bildes).

Abb. 11 Durchlaufwahrscheinlichkeit von 90° -Kniestücken mit kreisförmigem Querschnitt mit verschiedenen Abmessungen. Die hier gezeigte Durchlaufwahrscheinlichkeit gilt (wie auch bei den vorigen Bildern) beim Einbau zwischen zwei Kesseln, nicht jedoch beim Einbau in eine Leitung



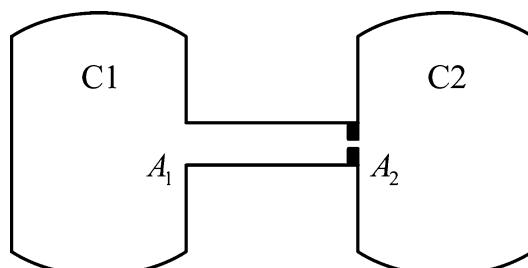
Bezüglich des Strömungsleitwerts ist der Rohrbogen günstiger als das Winkelstück. Günstiger als diese beiden Teile ist eine große Kugel, in der die beiden Anschlüsse über kurze Rohrstücke eingesetzt sind. Man beachte, dass die im Beispiel angegebenen Durchlaufwahrscheinlichkeiten des Verbindungsstücks dem charakteristischen Leitwert entsprechen, also bei direktem Einbau des Verbindungsstücks zwischen den Kesseln gelten, bei dem die Gasteilchen isotrop einströmen. Wird das Verbindungsstück – wie üblich – über Stutzen angeschlossen, ergeben sich wegen der ausgebildeten Rohrströmung beim Eintritt in das Winkelstück andere Durchlaufwahrscheinlichkeiten, was im Abschn. 8 behandelt wird.

7 Hintereinanderschaltung von Rohr und Blende

In der Praxis kommt es häufig vor, dass Leitungen unterschiedlichen Querschnitts hintereinandergeschaltet werden. In einem einfachen Fall sind zwei Kessel über die Serienschaltung von einem Rohr (Querschnittsfläche A_1) und einer Blende (Querschnittsfläche A_2) verbunden (Abb. 12). Zunächst betrachten wir die Molekularströmung vom linken Kessel K1 in den rechten Kessel K2.

Der vom Kessel K1 auf die Eintrittsfläche A_1 fallende Teilchenstrom sei q_N . Die Durchlaufwahrscheinlichkeit des Verbindungsrohrs sei P . Dann erreicht der Teilchenstrom $q_N \cdot P$ die Fläche A_2 , an der sich die Blende befindet. Dort wird der Bruchteil A_2/A_1 hindurchgelassen und gelangt in Kessel K2, während der restliche Bruchteil $1 - A_2/A_1$ rückwärts zur Einlaufrichtung reflektiert wird. Von dem reflektierten Gasteilchen erreicht wiederum der Bruchteil P die Fläche 1 und gelangt so zurück in den Kessel K1, während der restliche Bruchteil $1 - P$ die Fläche 2 erreicht. Von diesem Bruchteil gelangt ein Teil (entsprechend dem Flächenverhältnis A_2/A_1) in den Kessel K2, während der restliche Teil zurückreflektiert wird und das gleiche Schicksal wie nach der ersten Rückreflexion erleidet. Der insgesamt rechts aus der Blende austretende Teilchenstrom ergibt sich durch Summation der Beiträge von Teilchen, die den Weg durch das Rohr nur einmal, mit einem weiteren Doppeldurchgang, mit zwei weiteren Doppeldurchgängen usw. zurückgelegt haben. Durch Aufsummieren der geometrischen Reihe erhält man für die Durchlaufwahrscheinlichkeit P_{12} der Anordnung nach Abb. 12 in der Richtung von Fläche A_1 nach Fläche A_2 :

Abb. 12 Zwei Kessel sind durch eine Serienschaltung von einem Rohr (Querschnittsfläche A_1) und einer Blende (Querschnittsfläche A_2) verbunden



$$\frac{1}{P_{12}} = \frac{1}{P} + \frac{A_1}{A_2} - 1 \quad (27)$$

Eine analoge Überlegung lässt sich für die Strömung von Kessel K2 nach Kessel K1 anstellen. Man erhält für die Durchlaufwahrscheinlichkeit in umgekehrter Richtung von 2 nach 1:

$$\frac{1}{P_{21}} = \frac{A_2}{A_1} \cdot \frac{1}{P} - \frac{A_2}{A_1} + 1 \quad (28)$$

Eliminiert man aus letzten beiden Gleichungen die Größe P , so erhält man nach Umformen die Beziehung:

$$A_2 \cdot P_{21} = A_1 \cdot P_{12} \quad (29)$$

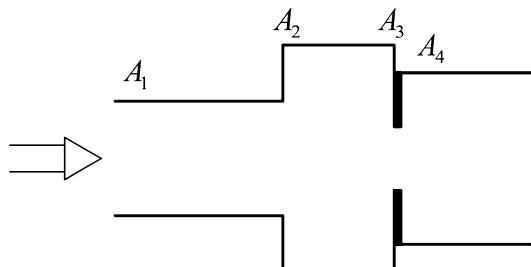
Da das Produkt aus Eintrittsfläche und Durchlaufwahrscheinlichkeit proportional zum Strömungsleitwert ist, haben wir gefunden, dass der Leitwert für Strömung von Kessel K1 in Kessel K2 der gleiche ist wie der Leitwert für die umgekehrte Richtung. Diese Beziehung gilt allgemein für jede Anordnung von passiven Leitungsstücken. Sie besagt, dass sich in verbundenen Behältern, die die gleiche Temperatur haben, im stationären Fall der gleiche Druck einstellt.

8 Hintereinanderschaltung von Bauelementen

Wir betrachten die Hintereinanderschaltung mehrerer Bauelemente unterschiedlichen Querschnitts und unterschiedlicher Länge. Zu den Bauelementen gehören Rohre, Blenden (Rohr der Länge Null), Zwischenkessel (Rohr mit sehr großem Durchmesser), aber auch andere Komponenten wie gekrümmte Rohre (Abb. 13).

Der Gesamtleitwert bei molekularer Strömung kann nicht einfach als Serienschaltung der einzelnen Leitwerte berechnet werden. Der charakteristische Strömungsleitwert eines einzelnen Bauelements gilt für den Fall, dass dieses zwischen zwei großen Kesseln eingebaut wird, und besteht aus zwei Anteilen, nämlich erstens dem der Einströmung in das Bauelement und zweitens dem der Rohrströmung durch das

Abb. 13 Serienschaltung von 4 Rohrleitungen mit unterschiedlichen Querschnittsflächen A



Bauelement. Ändert sich im Fall der Hintereinanderschaltung von Bauelementen der Querschnitt einer Leitung an der Übergangsstelle von einem Bauelement zum nächsten nicht, oder wird er sogar größer, so fallen beim dem folgenden Bauelement die Einströmverluste weg. Wird dagegen der Querschnitt einer Leitung an der Übergangsstelle von einem Bauelement zum nächsten kleiner, so treten Einströmverluste auf, und zwar in dem Ausmaß, wie sich die Fläche verkleinert. Im vorigen Abschnitt wurde an einem Beispiel anschaulich gezeigt, dass die Durchtrittswahrscheinlichkeit bei hintereinandergeschalteten Bauelementen von der Richtung abhängt.

Näherungsweise kann man den charakteristischen Strömungswiderstand eines einzelnen Bauelements als Summe der Widerstände durch Einströmung und durch Rohrströmung schreiben. Bei einer Hintereinanderschaltung von Bauelementen ergibt sich dann der Gesamtwiderstand durch Addition der Einzelwiderstände, wobei jedoch der Einströmwiderstand in ein Bauelement Null gesetzt wird, wenn sich der Leitungsquerschnitt an der Einströmseite des Bauelements nicht verjüngt (*Ansatz von Oatley*). Damit erhält man folgendes Additionstheorem für hintereinandergeschaltete Bauelemente

$$\frac{1}{A_1} \cdot \left(\frac{1}{P_{1n}} - 1 \right) = \sum_{i=1}^n \frac{1}{A_i} \cdot \left(\frac{1}{P_i} - 1 \right) + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{1}{A_{i+1}} - \frac{1}{A_i} \right) \cdot \delta_{i,i+1} \quad (30)$$

Dabei bedeuten:

I	Nummerierung der Bauelemente
A_1	Querschnittsfläche des Eintritts der Anordnung
A_i	Querschnittsfläche des i -ten Bauelements
P_{ln}	charakteristische Gesamtdurchlaufwahrscheinlichkeit der Anordnung
P_i	charakteristische Durchlaufwahrscheinlichkeit des i -ten Bauelements
$\delta_{i,i+1}$	$\delta_{i,i+1} = 1$, wenn $A_{i+1} < A_i$ (Reduzierung der Querschnittsfläche) $\delta_{i,i+1} = 0$, wenn $A_{i+1} \geq A_i$ (keine Reduzierung der Querschnittsfläche)

Spezialfall: Serienschaltung zweier Bauelemente mit den Querschnitten A_1 bzw. A_2 sowie den Durchlaufwahrscheinlichkeiten P_1 bzw. P_2 . Hierfür folgt aus Gl. 30 für den allgemeinen Fall beliebiger Querschnitte:

$$\frac{1}{P_{12}} = \frac{1}{P_1} + \frac{A_1}{A_2} \cdot \left(\frac{1}{P_2} - 1 \right) + \left(\frac{A_1}{A_2} - 1 \right) \cdot \delta_{1,2} \quad (31)$$

1. **Fall:** beide Rohre haben gleichen Querschnitt $A_1 = A_2$. Es gilt: $\delta_{1,2} = 0$. Hiermit folgt:

$$\frac{1}{P_{12}} = \frac{1}{P_1} + \frac{1}{P_2} - 1 \quad (32)$$

2. **Fall:** Querschnittsvergrößerung $A_2 > A_1$. Es gilt: $\delta_{1,2} = 0$. Hiermit folgt:

$$\frac{1}{P_{12}} = \frac{1}{P_1} + \frac{A_1}{A_2} \cdot \left(\frac{1}{P_2} - 1 \right) \quad (33)$$

3. **Fall:** Querschnittsverkleinerung $A_2 < A_1$. Es gilt: $\delta_{1,2} = 1$. Hiermit folgt:

$$\frac{1}{P_{12}} = \frac{1}{P_1} + \frac{A_1}{A_2} \cdot \frac{1}{P_2} - 1 \quad (34)$$

Beispiel 3

Zwei Kreisrohre mit gleichem Durchmesser d und den Längen $l_1 = 2d$ und $l_2 = 3d$ werden hintereinandergeschaltet und ergeben zusammen ein Rohr der Länge $l_{12} = 5d$.

Mit Gl. 24 betragen die Durchtrittswahrscheinlichkeiten der beiden einzelnen Rohre $P_1 = 0,355$ und $P_2 = 0,274$. Berechnet man die Durchtrittswahrscheinlichkeit des zusammengesetzten Rohres als einfache Hintereinanderschaltung von Leitwerten wie in der Elektrotechnik mit der Formel $1/P_{12} = 1/P_1 + 1/P_2$, so erhält man das Ergebnis $P_{12} = 0,155$. Berechnet man die Durchtrittswahrscheinlichkeit des zusammengesetzten Rohres mit der Näherungsformel (Gl. 31 bzw. 32) für Vakuumrohre, also $1/P_{12} - 1/P_1 + 1/P_2 - 1$, so erhält man $P_{12} = 0,183$.

Die tatsächliche Durchtrittswahrscheinlichkeit des zusammengesetzten Rohres der Länge $l_{12} = 5d$ beträgt nach Gl. 24 $P_{12} = 0,190$.

Die angegebene Näherungsformel für die Hintereinanderschaltung von Strömungsleitwerten liefert somit ein wesentlich besseres Ergebnis als die einfache Formel für die Hintereinanderschaltung elektrischer Leitwerte. Grund hierfür ist, dass am Ausgang des ersten Kreisrohrs die Strömung nicht mehr isotrop wie beim Eintritt in das erste Rohr ist, sondern in Vorwärtsrichtung gerichtet („beaming effect“) und so das zweite Rohr besser passiert.

Beispiel 4

Hintereinanderschaltung von Bauelementen in einer Leitung. Einige Bauelemente (wie z. B. Ventile) haben eine komplizierte Form und ihre Durchlauf-

wahrscheinlichkeit ist nicht bekannt. Die Hersteller geben in den technischen Daten den charakteristischen Strömungsleitwert C an. Aus diesem kann die Durchlaufwahrscheinlichkeit gemäß der Beziehung $C = 1/4 \cdot \bar{c} \cdot A \cdot P$ berechnet werden. Nimmt man noch isotherme Bedingungen an (gleiche thermische Geschwindigkeit \bar{c} in der gesamten Leitung), so kann Gl. 30 umgeschrieben werden zu:

$$\left(\frac{1}{C_{1n}} - \frac{4}{\bar{c} \cdot A_1} \right) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{1}{C_i} - \frac{4}{\bar{c} \cdot A_i} \right) + \frac{4}{\bar{c}} \cdot \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{1}{A_{i+1}} - \frac{1}{A_i} \right) \cdot \delta_{i,i+1} \quad (35)$$

9 Molekularströmung durch konisches Kreisrohr (Trichter)

Abb. 14 zeigt ein konisches Rohrstück (kreisförmiger Querschnitt), wie es z. B. als Übergangsstück vom Pumpenflansch auf die Vakuumleitung benutzt werden kann.

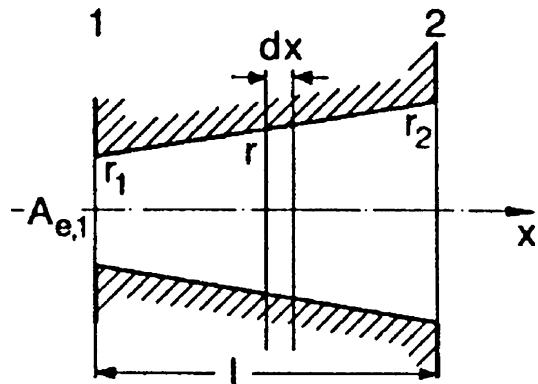
Wenn die Querschnittsänderung allmählich erfolgt, kann man sich den Konus als Hintereinanderschaltung von kurzen kreiszylindrischen Rohrelementen mit sich änderndem Durchmesser vorstellen. Die Durchlaufwahrscheinlichkeit eines kurzen Elements der Länge dx ist gemäß Gl. 22.

$$\frac{1}{P_{dx}} = \frac{1}{1 - \frac{dx}{2r}} = 1 + \frac{dx}{2r} \quad (36)$$

Die Durchlaufwahrscheinlichkeit des konischen Rohrstücks kann man als Hintereinanderschaltung von Rohrelementen analog zu Gl. 30 durch Integration über die Rohrlänge (statt Summation über die Rohrstücke) berechnen.

Man erhält als Ergebnis für die Durchlaufwahrscheinlichkeit in Richtung zunehmenden Querschnitts:

Abb. 14 Konisches Rohr



$$\frac{1}{P_{12}} = 1 + A_1 \int_{x_1}^{x_2} \frac{1}{A(x)} \cdot \frac{dx}{2r} = 1 + \frac{r_1 + r_2}{4 \cdot r_1^2} \cdot l \quad (37)$$

und in Richtung abnehmenden Querschnitts:

$$\frac{1}{P_{21}} = 1 + A_2 \int_{x_2}^{x_1} \left(\frac{1}{A(x)} \cdot \frac{1}{2r} - \frac{1}{A^2(x)} \cdot \frac{dA}{dx} \right) dx = \frac{r_2^2}{r_1^2} + \frac{r_1 + r_2}{4 \cdot r_1^2} \cdot l \quad (38)$$

Man rechnet leicht nach, dass beim Trichter die Beziehung (Gl. 29) erfüllt ist und die Strömungsleitwerte für beide Richtungen gleich sind.

Zur Kontrolle der angegebenen Formeln kann man die beiden Radien des konischen Rohrs gleichsetzen und erhält dann den bekannten Fall des Kreisrohrs. Die so erhaltene Formel stimmt mit der Näherungsformel (Gl. 20) überein, denn beide Gleichungen basieren auf der Näherung, dass die Durchlaufwahrscheinlichkeit eines beliebig langen Rohres sich näherungsweise durch inverse Summation der Durchlaufwahrscheinlichkeiten einer Eintrittsblende und eines sehr langen Rohres schreiben lassen. Diese Näherung stimmt in den Grenzfällen sehr kleiner und sehr großer Länge, liefert aber bei $l/d \approx 2$ einen um 13 % zu großen Wert.

10 Bauelement in der Ansaugleitung einer Pumpe

Viele Vakuumpumpen haben bei niedrigen Drücken (im molekularen Bereich) ein druckunabhängiges konstantes Saugvermögen $S = dV/dt$. Man kann daher eine Pumpe modellmäßig darstellen als Hintereinanderschaltung eines Rohrs und eines Kessels, in dem ideales Vakuum (Druck $p^* = 0$) herrscht. Das Rohr hat gleiche Eintrittsfläche wie die Pumpe und sein Leitwert ist gleich dem Saugvermögen der Pumpe ($C = S$).

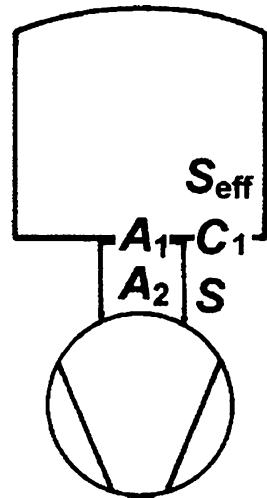
Wird nun eine derartige Pumpe über ein Bauelement, das einen endlichen Strömungsleitwert besitzt, an einen Kessel angeschlossen, so ist das am Kessel wirksame effektive Saugvermögen S_{eff} kleiner (Abb. 15). Dieses Saugvermögen kann man näherungsweise berechnen, indem man die Hintereinanderschaltung des Bauelements und des Rohrs (Modell der Pumpe) gemäß Gl. 35 ausrechnet.

Beispiel 5

Eine Turbomolekularpumpe mit dem Saugvermögen $S = 100 \text{ L/s}$ für Luft (Flanschdurchmesser 70 mm) sei direkt an den Vakuumflansch eines Kessels montiert. Das effektive Saugvermögen am Kessel soll durch Einbau einer Blende in den Flansch auf den Wert $S_{\text{eff}} = 40 \text{ L/s}$ reduziert werden. Welchen Durchmesser muss die Blende haben?

Abb. 15 zeigt die Anordnung aus Kessel, Blende Pumpe. Umschreiben von Gl. 35 auf den vorliegenden Fall ergibt (Index 1 gilt für die Blende, Index 2 für die Pumpe):

Abb. 15 Ein Kessel wird über eine Blende von einer Pumpe gepumpt



$$\left(\frac{1}{S_{\text{eff}}} - \frac{4}{\bar{c} \cdot A_1} \right) = \left(\frac{1}{C_1} - \frac{4}{\bar{c} \cdot A_1} \right) + \left(\frac{1}{S} - \frac{4}{\bar{c} \cdot A_2} \right) \quad (39)$$

Diese Gleichung kann nach dem charakteristischen Leitwert C_1 der Blende umgestellt werden:

$$\begin{aligned} \frac{1}{C_1} &= \frac{1}{S_{\text{eff}}} - \frac{1}{S} + \frac{4}{\bar{c} \cdot A_2} = \frac{1}{40 \text{ L/s}} - \frac{1}{100 \text{ L/s}} + \frac{4}{4630 \text{ dm/s} \cdot 0,385 \text{ dm}^2} \\ &= \frac{1}{58,0 \text{ L/s}} \end{aligned} \quad (40)$$

Hieraus ergibt sich ein Blendendurchmesser

$$d = \sqrt{\frac{16}{\pi} \cdot \frac{C}{\bar{c}}} = \sqrt{\frac{16}{\pi} \cdot \frac{58,0 \text{ L/s}}{4630 \text{ dm/s}}} = 0,253 \text{ dm} = 25,3 \text{ mm} \quad (41)$$

Hätte man – wie in der Elektrotechnik – eine einfache Hintereinanderschaltung von Blende und Pumpe angenommen, so hätte man statt Gl. 40 folgende Formel erhalten:

$$\frac{1}{C_1} = \frac{1}{S_{\text{eff}}} - \frac{1}{S} \quad (42)$$

Hieraus ergibt sich $C_1 = 66,7 \text{ L/s}$ und $d = 27,1 \text{ mm}$.

Literatur

1. Lafferty, J.M.: Foundations of Vacuum Science and Technology. Wiley, New York (1998). Kapitel 2

Weiterführende Literatur

Umfangreiche Darstellung der Gasströmung für die Vakuumtechnik

2. Lafferty, J.M.: Foundations of Vacuum Science and Technology. Wiley, New York (1998).
Kapitel 2
3. O'Hanlon, J.F.: A User's Guide to Vacuum Technology. 3. Aufl. Wiley, New York (2003).
Kapitel 3 und Anhang B4
4. Bird, G.A.: Molecular Gas Dynamics and the Direct Simulation of Gas Flows. University Press,
Oxford (1994)
5. Jitschin, W.: Vakuum-Lexikon. Wiley-VCH, Weinheim (1999)

Molekulare Strömung

6. Berman, A.: Vacuum Engineering Calculations, Formulas, and Solved Exercises. Academic
Press, San Diego (1992)
7. Steckelmacher, W.: Knudsen flow 75 years on: The current state of the art for flow of rarefied
gases in tubes and systems. Rep. Prog. Phys. **49**, 1083–1107 (1986)



Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase

9

Karl Jousten und Felix Sharipov

Zusammenfassung

In diesem Kapitel werden die in Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ bis Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“ beschriebenen Konzepte ausgeweitet. Mit Hilfe der kinetischen Boltzmann-Gleichung werden stationäre Gasflüsse für Vakuumbedingungen berechnet. Es wird versucht, den schwierigen mathematischen Formalismus so zu vereinfachen, dass Physiker und Ingenieure die Gasflussberechnung über den ganzen Bereich der Knudsenzahlen verstehen und Simulationsrechnungen anwenden können. Aufgrund der theoretischen Tiefe können Anfänger dieses Kapitel ohne weiteres überspringen.

1 Grundkonzept

1.1 Die Parameter Knudsenzahl und Gasverdünnung

Die mittlere freie Weglänge \bar{l} , welche im ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ im harten-Kugel-Modell eingeführt wurde, hängt vom Molekulardurchmesser ab, welcher in der Regel nicht genau bekannt ist und über die Viskosität η gemäß Gl. 11 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ berechnet wird. Darüber hinaus hängt die mittlere freie Weglänge vom verwendeten Wechselwirkungspotenzial ab (► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“). In diesem Kapitel wird

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland
E-Mail: karl.jousten@ptb.de

F. Sharipov

Departamento de Física, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brasilien
E-Mail: sharipov@fisica.ufpr.br

eine äquivalente freie Weglänge eingeführt, welche sich aus der Reibungsviskosität gemäß

$$\ell := \frac{\eta c_w}{p} \ell = \sqrt{4/\pi \bar{l}} = 1,128 \bar{l} \quad (1)$$

ergibt, wobei c_w die wahrscheinlichste Geschwindigkeit gemäß Gl. 42 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ ist und p der Druck. ℓ unterscheidet sich von \bar{l} (Gl. 12 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“) durch $\ell = \sqrt{4/\pi} \cdot \bar{l}$. Entsprechend wird in diesem Kapitel die Knudsenzahl (Gl. 1 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“) über $\text{Kn} = \ell/a$ definiert, wobei a eine charakteristische geometrische Ausdehnung des Querschnitts einer gasführenden Leitung ist.

Der Gasverdünnungsparameter wird definiert als

$$\delta := \frac{ap}{\eta c_w} \quad (2)$$

δ ist zur Knudsenzahl invers. In der Literatur zu Flüssen von verdünnten Gasen werden die meisten Ergebnisse in Abhängigkeit von δ angegeben. Der Bereich $\delta \gg 1$ entspricht dem viskosen Strömungsbereich, der Bereich $\delta \ll 1$ dem molekularen, gerade umgekehrt wie bei der Knudsenzahl (Kn $\gg 1$ molekulare Strömung, Kn $\ll 1$ viskose Strömung).

1.2 Makroskopische Größen

Neben den bereits eingeführten makroskopischen Größen wie Gasdichte n , Druck p , Temperatur T , und der Strömungsgeschwindigkeit v , werden in diesem Kapitel einige weitere makroskopische Größen benötigt. Wir benutzen die kollektive „Strömungsgeschwindigkeit“ v eines Gases, um diese von der individuellen Geschwindigkeit c der einzelnen Gasteilchen zu unterscheiden.

Man betrachte ein Flächensegment A_x mit einer Normalen parallel zur x -Achse. Es sei F_z eine in z -Richtung wirkende Kraft. Als Scherspannung wird die Größe

$$P_{xz} := \frac{F_z}{A_x} \quad (3)$$

bezeichnet. Sie hat dieselbe Einheit wie der Druck.

Wenn \dot{Q}_x die Wärmemenge darstellt, die durch das Flächensegment A_x pro Zeit strömt, dann ist die Größe

$$q_x := \frac{\dot{Q}_x}{A_x} \quad (4)$$

die x -Komponente des Wärmeflussvektors q . Die Einheit ist W/m^2 .

1.3 Funktion der Geschwindigkeitsverteilung

Die in diesem Kapitel benutzte Funktion der Geschwindigkeitsverteilung $f(\mathbf{r}, \mathbf{c})$ hängt im Allgemeinen vom Ortsvektor $\mathbf{r} = (x, y, z)$ und dem molekularen Geschwindigkeitsvektor $\mathbf{c} = (c_x, c_y, c_z)$ ab. Im Allgemeinen hängt die Funktion f auch von der Zeit ab, aber im Folgenden werden wir nur stationäre, zeitunabhängige Gasströme betrachten, so dass diese Abhängigkeit wegfallen kann. Die Funktion der Geschwindigkeitsverteilung wird definiert durch

$$f(\mathbf{r}, \mathbf{c}) := \frac{dN}{d^3 \mathbf{r} d^3 \mathbf{c}}, \quad (5)$$

wobei dN die Zahl der Gasteilchen im Phasenvolumen $d^3 \mathbf{r} d^3 \mathbf{c}$ in der Nähe des Punktes (\mathbf{r}, \mathbf{c}) ist.

Alle makroskopischen Größen eines Gasstromes können aus dieser Funktion der Geschwindigkeitsverteilung berechnet werden:

Wenn wir die Verteilungsfunktion über die Geschwindigkeit integrieren, erhält man die Teilchenanzahldichte

$$n(\mathbf{r}) = \int f(\mathbf{r}, \mathbf{c}) d^3 \mathbf{c}. \quad (6)$$

Die Multiplikation der Verteilungsfunktion mit der Geschwindigkeit und die folgende Integration über die Geschwindigkeit ergibt den Teilchenfluss. Anschließende Division durch die Teilchenanzahldichte ergibt die Strömungsgeschwindigkeit

$$\mathbf{v}(\mathbf{r}) = \frac{1}{n} \int \mathbf{c} f(\mathbf{r}, \mathbf{c}) d^3 \mathbf{c}, \quad (7)$$

Die Scherspannung P_{xz} bedeutet den Impulsfluss $m_T c_x$ in z -Richtung. Um den Übertrag durch Konvektion des Gases auszuschließen, wird dieser Impulsfluss relativ zur Strömungsgeschwindigkeit v berechnet, also

$$P_{xz}(\mathbf{r}) = m_T \int (c_x - v_x)(c_z - v_z) f(\mathbf{r}, \mathbf{c}) d^3 \mathbf{c}. \quad (8)$$

Die Temperatur T korreliert mit der chaotischen Bewegung der Moleküle und wird daher über die kinetische Energie der Teilchen im Bezugssystem der Strömungsgeschwindigkeit berechnet zu

$$T(\mathbf{r}) = \frac{m_T}{3nk} \int (\mathbf{c} - \mathbf{v})^2 f(\mathbf{r}, \mathbf{c}) d^3 \mathbf{c}. \quad (9)$$

Der Wärmefluss q_x ist der Fluss der kinetischen Energie ($m_T c^2/2$) in x -Richtung. Um q_x zu berechnen, muss die Verteilungsfunktion mit $(m_T c^2/2) c_x$ multipliziert

und über die Geschwindigkeit integriert werden. Um wiederum nur den Wärmeübertrag durch intermolekulare Stöße und nicht durch Konvektion zu berücksichtigen, wird q_x im Bezugssystem der Strömungsgeschwindigkeit \mathbf{v} berechnet, also

$$q_x(\mathbf{r}) = \frac{m_T}{2} \int (\mathbf{c} - \mathbf{v})^2 (c_x - v_x) f(\mathbf{r}, \mathbf{c}) d^3 \mathbf{c}. \quad (10)$$

Die Integrationen in den Gl. 6 bis Gl. 10 bezüglich der Teilchengeschwindigkeit stellen ein Dreifachintegral im dreidimensionalen Geschwindigkeitsraum dar:

$$\int \dots d^3 \mathbf{c} = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} \dots dc_x dc_y dc_z. \quad (11)$$

Die durch Gl. 6 bis Gl. 10 beschriebenen makroskopischen Größen werden auch Momente (allgemein ein Integral über die Verteilungsfunktion) genannt.

1.4 Globales Gleichgewicht

Wir definieren als globales Gleichgewicht, wenn es weder eine makroskopische Relativbewegung von einem Teilsystem gegenüber einem anderen gibt noch einen Wärmeaustausch zwischen Teilbereichen, noch chemische Reaktionen. In diesem Zustand sind alle Zustandgrößen (Druck, Temperatur, Dichte) zeitlich und räumlich konstant. Die Geschwindigkeitsverteilungsfunktion ist dann gegeben durch die bereits in Gl. 41 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ definierte MaxwellBoltzmannverteilung

$$f^M(n, T) = n \left(\frac{m_T}{2\pi kT} \right)^{3/2} \exp \left(-\frac{m_T c^2}{2kT} \right). \quad (12)$$

Im Unterschied zur in Gl. 41 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ definierten Funktion F_0 , welche die Verteilung bezüglich der gesamten Teilchengeschwindigkeit c angibt, gibt f^M die Verteilung der einzelnen Geschwindigkeitskomponenten gemäß unserer Definition in Gl. 5 an.

Die mittlere (oder thermische) Geschwindigkeit wird aus

$$\bar{c} := \frac{1}{n} \int c f^M d^3 \mathbf{c} = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m_T}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} c_w \quad (13)$$

berechnet. Um die Flächenstoßrate herzuleiten, betrachten wir eine ebene Fläche bei $x = 0$ und ein Gas, welches den Raum $x \leq 0$ einnimmt. Da wir an den Teilchen interessiert sind, die sich zur betrachteten Fläche bewegen, zählen wir nur Teilchen mit positiver Geschwindigkeit c_x und erhalten

$$j_N = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} \int_0^{\infty} c_x f^M dc_x dc_y dc_z = \frac{1}{2} n \sqrt{\frac{2kT}{\pi m_T}} = \frac{1}{4} n \bar{c}. \quad (14)$$

Dabei wurde für f^M Gl. 12 eingesetzt sowie berücksichtigt, dass $c^2 = c_x^2 + c_y^2 + c_z^2$. Eine detaillierte Ableitung von Gl. 14 findet sich in [1].

1.5 Lokales Gleichgewicht

Wir unterteilen ein großes Teilchensystem in viele kleine Untersysteme, von denen wiederum jedes eine große Menge Teilchen enthält. Jedes Untersystem sei im (lokalen) Gleichgewicht. Von Untersystem zu Untersystem können sich jedoch Druck, Temperatur und Gasdichte langsam ändern. Darüber hinaus erlauben wir auch Relativbewegungen der Untersysteme untereinander. Solch ein Zustand wird lokales Gleichgewicht genannt. Es charakterisiert den viskosen Strömungsbereich, d. h. den Bereich kleiner Knudsenzahlen. In diesem Fall ist die lokale Maxwellverteilung durch lokale Werte von n , T , und \mathbf{v} gegeben:

$$f^M(n, T, \mathbf{v}) = n(\mathbf{r}) \left(\frac{m_p}{2\pi k T(\mathbf{r})} \right)^{3/2} \exp \left(-\frac{m_p [\mathbf{c} - \mathbf{v}(\mathbf{r})]^2}{2k T(\mathbf{r})} \right). \quad (15)$$

Im Übergangsgebiet ist das lokale Gleichgewicht gebrochen. In diesen Fällen muss die Verteilungsfunktion durch die kinetische Boltzmanngleichung berechnet werden.

1.6 Kinetische Boltzmanngleichung

Die kinetische Boltzmanngleichung beschreibt die Veränderung der Verteilungsfunktion. Dieser Gleichung liegt die Idee zu Grunde, dass die Verteilungsfunktion in einem bestimmten räumlichen Punkt durch zwischenmolekulare Stöße verändert wird. Die infinitesimale totale zeitliche Änderung ist gegeben durch

$$\frac{df}{dt} = J^+ - J^-, \quad (16)$$

wobei J^+ die Rate der durch Stöße hinzukommenden Teilchen in der Nähe des Phasenpunktes (\mathbf{r}, \mathbf{c}) und J^- die Verlustrate durch Stöße bezeichnet. Die totale Ableitung kann durch die partiellen Ableitungen ausgedrückt werden zu

$$\frac{df}{dt} = \frac{\partial f}{\partial t} + \mathbf{c} \cdot \frac{\partial f}{\partial \mathbf{r}} + \frac{\partial \mathbf{c}}{\partial t} \cdot \frac{\partial f}{\partial \mathbf{c}}. \quad (17)$$

Man beachte, dass der zweite Term auf der rechten Seite ein Skalarprodukt ist:

$$\mathbf{c} \cdot \frac{\partial f}{\partial \mathbf{r}} = c_x \frac{\partial f}{\partial x} + c_y \frac{\partial f}{\partial y} + c_z \frac{\partial f}{\partial z}. \quad (18)$$

In ähnlicher Weise wird der dritte Term auf der rechten Seite von (Gl. 17) berechnet.

Die Raten J^+ und J^- werden aus den Details der binären Stöße berechnet. Für unsere Zwecke ist es ausreichend, die Boltzmanngleichung unter Abwesenheit externer Kräfte, d. h. $\partial \mathbf{c} / \partial t = 0$, sowie unter stationären Bedingungen, d. h. $\partial f / \partial t = 0$ zu betrachten. Im stationären Zustand sind die Zustandsgrößen (Druck, Temperatur, Dichte, Strömungsgeschwindigkeit, Scherspannung und Wärmeflussvektor) zeitunabhängig, ändern sich jedoch räumlich.

Unter diesen Bedingungen wird die stationäre Boltzmanngleichung zu

$$\mathbf{c} \cdot \frac{\partial f}{\partial \mathbf{r}} = J^+ - J^- = J(f f_*), \quad (19)$$

wobei das Stoßintegral $J(f f_*)$ gegeben ist durch

$$J(f f_*) = \iiint (f' f'_* - f f_*) w d^3 \mathbf{c}' d^3 \mathbf{c}'_* d^3 \mathbf{c}_*. \quad (20)$$

Die Affixe zu f sind Abkürzungen von $f' = f(\mathbf{c}')$ bzw. $f_* = f(\mathbf{c}_*)$. Die Größe $w = w(\mathbf{c}, \mathbf{c}_*, \mathbf{c}', \mathbf{c}'_*)$ ist die Wahrscheinlichkeitsdichte, dass zwei Moleküle, die vor einem Stoß die Geschwindigkeiten \mathbf{c}' und \mathbf{c}'_* hatten, nach dem Stoß die Geschwindigkeiten \mathbf{c} und \mathbf{c}_* besitzen. Die Wahrscheinlichkeitsdichte hängt vom genauen Wechselwirkungspotential während des Stoßes ab. Die wesentlichen Eigenschaften des Stoßintegrals $J(f f_*)$ können der Literatur [1–7] entnommen werden. Die Gl. 19 berücksichtigt nur Stöße zweier Atome. Bei höherem Druck können auch drei und mehr Moleküle gleichzeitig stoßen. Bis zum Atmosphärendruck jedoch ist die Annahme nur binärer Stöße gerechtfertigt.

Im Falle einer schwachen Störung des Gleichgewichts lässt sich die Boltzmann-Gleichung linearisieren. Die Verteilungsfunktion wird als

$$f(\mathbf{r}, \mathbf{c}) = f_R^M [1 + \xi h(\mathbf{r}, \mathbf{c})], \quad |\xi| \ll 1 \quad (21)$$

geschrieben, wobei ξ ein dimensionsloser Parameter mit kleinem Wert darstellt und h die Störungsfunktion des Gleichgewichts beschreibt. f_R^M ist die Maxwellverteilung gemäß Gl. 15 mit einer Referenzdichte n_R , Referenztemperatur T_R und Strömungsgeschwindigkeit v_R , also

$$f_R^M = f^M(n_R, T_R, v_R). \quad (22)$$

Die Referenzgrößen n_R , T_R und v_R werden so gewählt, dass der Rechenaufwand möglichst gering ist. Insbesondere können sie den Gleichgewichtszustand repräsentieren und konstant gewählt werden. Setzt man Gl. 21 in Gl. 19 ein, erhält man die linearisierte Boltzmann-Gleichung zu

$$\mathbf{c} \cdot \frac{\partial h}{\partial \mathbf{r}} = \widehat{L}h + g(\mathbf{r}, \mathbf{c}), \quad (23)$$

in der \widehat{L} einen linearisierten Stoßoperator

$$\widehat{L}h = \int \int \int f_R^M(\mathbf{c}_*) (h' + h'_* - h - h_*) w d^3\mathbf{c}' d^3\mathbf{c}_* d^3\mathbf{c}_* \quad (24)$$

bezeichnet. h'_* , h' , h_* und h sind die Störungen der f'_* , f' , f_* und f . Die Nichtgleichgewichtsfunktion g ist gegeben durch

$$g(\mathbf{r}, \mathbf{c}) = -\frac{\mathbf{c}}{\xi} \cdot \frac{\partial \ln f_R^M}{\partial \mathbf{r}}. \quad (25)$$

Wenn die Referenzgrößen n_R , T_R und v_R konstant sind, ist $g(\mathbf{r}, \mathbf{c}) = 0$.

Einsetzen von Gl. 21 in Gl. 7, 8 und 10 liefert nach einer längeren Rechnung die linearisierten Ausdrücke der makroskopischen Größen (Momente)

$$\mathbf{v}(\mathbf{r}) - \mathbf{v}_R = \frac{\xi}{n_R} \int \mathbf{c} f_R^M h(\mathbf{r}, \mathbf{c}) d^3\mathbf{c}, \quad (26)$$

$$P_{xz}(\mathbf{r}) = \xi m_T \int c_x c_z f_R^M h(\mathbf{r}, \mathbf{c}) d^3\mathbf{c}, \quad (27)$$

$$q_x(\mathbf{r}) = \frac{\xi}{2} \int (m_T c^2 - 5kT_R) c_x f_R^M h(\mathbf{r}, \mathbf{c}) d^3\mathbf{c}. \quad (28)$$

1.7 Transportkoeffizienten

Im Folgenden werden die Definitionen der sogenannten Transportkoeffizienten, also die dynamische Viskosität η und die thermische Leitfähigkeit λ , wiederholt und die Ideen beschrieben, wie sie aus der Boltzmann-Gleichung berechnet werden können. Es ist wichtig zu betonen, dass beide Koeffizienten, η und λ , so definiert sind, dass sie druckunabhängig sind und nur von der Gasart und der Temperatur abhängen. Die Koeffizienten werden im Harte-Kugel-Modell beschrieben, für andere Wechselwirkungspotentiale sei auf die weiterführende Literatur [3] und [4] verwiesen.

1.7.1 Dynamische Viskosität

Wir betrachten ein strömendes Gas ohne Randbedingungen mit einem Vektor der Strömungsgeschwindigkeit zu

$$\mathbf{v} = (0, 0, v_z), \quad v_z \propto x, \quad (29)$$

d. h. die Strömung verläuft nur in z -Richtung, hängt aber von x ab. Druck p und Temperatur T seien über den ganzen Raum konstant. Gemäß dem Newton'schen

Ansatz (siehe auch Gl. 8 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“) ist die Scherspannung P_{xz} proportional zum Gradient der Geschwindigkeit:

$$P_{xz} = -\eta \frac{dv_z}{dx}. \quad (30)$$

Diese Gleichung definiert die dynamische Viskosität η . Unter diesen Bedingungen wird die Boltzmann-Gleichung linearisiert, indem man $\xi = (\ell / c_w)(d v_z / d x)$ als kleinen Parameter wählt. Dabei wird angenommen, dass die Referenzdichte n_R und die Referenztemperatur T_R in Gl. 22 konstant sind, während die Referenzgeschwindigkeit v_R durch Gl. 29 gegeben ist. Dann nimmt die Gl. 23 nach einiger Rechnung unter Zuhilfenahme von Gl. 25 die Form an:

$$\hat{L}h - 2 \frac{c_x c_z}{\ell c_w} = 0. \quad (31)$$

Dies ist eine komplizierte Integralgleichung, in der h eine nicht näher bekannte Größe ist, die nur von der Teilchengeschwindigkeit c abhängt. Wenn die Störungsfunktion h aus Gl. 31 berechnet worden ist, wird sie in Gl. 27 eingesetzt und die dynamische Viskosität η aus Gl. 30 erhalten.

Die numerische Lösung der Gl. 31 ist ein schwieriges Unterfangen, welches die genaue Kenntnis der Wechselwirkungspotentiale der Stöße erfordert. Für das harte-Kugel-Modell wurden solche Rechnungen ausgeführt [8] und der folgende Ausdruck für die dynamische Viskosität erhalten

$$\eta = 1,016034 \frac{5\pi}{32} m_T n \bar{c} \bar{l} \approx \frac{1}{2} m_T n \bar{c} \bar{l}. \quad (32)$$

Die mittlere freie Weglänge \bar{l} ist durch Gl. 52 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ bzw. Gl. 11 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ gegeben.

1.7.2 Wärmeleitfähigkeit

Wir betrachten ein ruhendes Gas ($v = 0$), welches einen unendlich großen Raum ausfüllen soll. Die Gastemperatur hänge linear von der Koordinate x ab, also

$$T(x) \propto x. \quad (33)$$

Gemäß dem Fourier'schen Gesetz ist die Wärmeleitung gegeben durch

$$q_x = -\lambda \frac{dT}{dx}, \quad (34)$$

mit λ als Wärmeleitfähigkeit. Ähnlich wie oben kann die Boltzmann-Gleichung durch Anwendung der kleinen Größe $\xi = (\ell/T)(dT/dx)$ linearisiert werden. Wenn die Referenztemperatur gemäß Gl. 33 gegeben und der Druck konstant ist, schreibt sich Gl. 23 zu

$$\hat{L}h - \frac{c_x}{\ell} \left(\frac{c^2}{c_W^2} - \frac{5}{2} \right) = 0. \quad (35)$$

Dies ist praktisch die gleiche Integralgleichung wie Gl. 31 mit einem zusätzlichen freien Term. Auch hier hängt h lediglich von der Teilchengeschwindigkeit c ab. Nachdem wiederum die Störungsfunktion h aus Gl. 35 berechnet worden und in Gl. 27 eingesetzt ist, erhält man die Wärmeleitfähigkeit aus Gl. 34.

Die numerische Lösung von Gl. 35 für das Harte-Kugel-Modell ist [8]

$$\lambda = 1,025218 \frac{75\pi}{128} kn\bar{c}l \approx \frac{15}{8} kn\bar{c}l \quad (36)$$

mit der mittleren freien Weglänge aus Gl. 52 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ bzw. Gl. 11 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“.

Prandtlzahl

Die Transportkoeffizienten η und λ sind durch die Prandtlzahl über

$$Pr = c_p \frac{\eta}{\lambda} \quad (37)$$

verknüpft, wobei c_p die spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck ist. Wenn man die Ausdrücke Gl. 32 und 35 und $c_p = 5 k' 2m_T$ (Gl. 20 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“) in diese Definition einsetzt, erhält man

$$Pr = 0,66069 \approx \frac{2}{3}. \quad (38)$$

Es wurde gezeigt, dass die aus experimentellen Ergebnissen berechnete Prandtlzahl für alle monoatomaren Gase sehr nahe dem Wert von 2/3 liegt.

1.8 Modellgleichungen

Die numerische Lösung der Gl. 19 und 23 mit dem vollständigen Ausdruck für das Stoßintegral bedeutet einen großen Rechenaufwand. Aus diesem Grund wird das Stoßintegral $J(f f_*)$ vereinfacht. Die wesentlichen Eigenschaften der Boltzmann-Gleichung werden durch die Verwendung von vereinfachten Stoßintegralen nicht verändert, der Aufwand zur Berechnung von Gasströmen wird jedoch erheblich reduziert. Die vereinfachten kinetischen Gleichungen werden Modellgleichungen genannt.

Die am häufigsten verwendete Modellgleichung ist die von Bhatangar, Gross und Krook (BGK) [9] und von Welander [10]. Diese schlugen als Stoßintegral vor:

$$J_{\text{BGK}}(ff_*) = v [f^M - f(\mathbf{r}, \mathbf{c})]. \quad (39)$$

$f^M = f^M(n, T, \mathbf{v})$ ist die durch Gl. 15 gegebene lokale Maxwellverteilung, wobei die lokalen Werte der Dichte $n(\mathbf{r})$, der Strömungsgeschwindigkeit $\mathbf{v}(\mathbf{r})$ und der Temperatur $T(\mathbf{r})$ über die Verteilungsfunktion $f(\mathbf{r}, \mathbf{c})$ in Übereinstimmung mit den Gl. 6, 7 und 9 berechnet werden. Hintergrund dieser Modellgleichung ist, dass die Boltzmanngleichung die Entwicklung der Verteilungsfunktion in Richtung Gleichgewicht beschreibt. In diesem Sinne ist $f(\mathbf{r}, \mathbf{c})$ die Verteilungsfunktion zu Beginn, f^M die Verteilungsfunktion am Ende, und $1/\nu$ die Relaxationszeit zwischen diesen Zuständen. Allerdings bleibt die kinetische Gl. 19 mit dem vereinfachten Stoßintegral Gl. 39 nichtlinear. Der Parameter v wird so gewählt, dass korrekte Ausdrücke für η oder λ erhalten werden. Es gibt jedoch kein v , welches die richtige Prandtlzahl ergibt, so dass es nicht möglich ist, die richtige Viskosität *und* thermische Leitfähigkeit durch einen einzigen Ausdruck von v zu erhalten. Wenn man den Ausdruck

$$v(\mathbf{r}) = \frac{p(\mathbf{r})}{\eta}, \quad (40)$$

benutzt, erhält man den korrekten Wert für die Viskosität und somit auch die korrekte Beschreibung für den Impuls- und Massenaustausch. Wenn man jedoch an der richtigen Beschreibung für die Wärmeleitung interessiert ist, sollte man den Ausdruck

$$v(\mathbf{r}) = \frac{5}{2} \frac{pk}{m\lambda} = \text{Pr} \frac{p(\mathbf{r})}{\eta}. \quad (41)$$

benutzen, welcher den richtigen Wert für die Wärmeleitung ergibt. Hier wurde Gl. 37 verwendet.

Das S-Modell, welches von Shakov vorgeschlagen wurde [11], ist eine Modifikation des BGK-Modells und ergibt die richtige Prandtlzahl. Das Stoßintegral des S-Modells lautet

$$J_S(ff_*) = \frac{p}{\eta} \left\{ f^M \left[1 + \frac{4}{15} \frac{(\mathbf{q} \cdot \mathbf{C})}{pc_W^2} \left(\frac{C^2}{c_W^2} - \frac{5}{2} \right) \right] - f(\mathbf{r}, \mathbf{c}) \right\}, \quad \mathbf{C} = \mathbf{c} - \mathbf{v}. \quad (42)$$

Die Modellgleichungen Gl. 39 und 42 reduzieren den Rechenaufwand erheblich und werden häufig für praktische Rechnungen verwendet. Die Wahl der Modellgleichung muss jedoch geeignet getroffen werden: Wenn die Gasströmung isotherm verläuft und der Wärmeaustausch nicht wichtig ist, ist die BGK Modellgleichung geeignet. Im Falle nicht-isothermer Strömung ist die S Modellgleichung besser.

1.9 Wechselwirkung zwischen Gas und Oberfläche

Treffen die Gasteilchen auf eine begrenzende Fläche, wird die Geschwindigkeitsverteilungsfunktion der einfallenden Teilchen f^- gegenüber der der reflektierten Teilchen f^+ verändert. Sie stehen zueinander in folgender Beziehung:

$$c_n f^+(\mathbf{c}) = - \int_{c_n \leq 0} c'_n f^-(\mathbf{c}') R(\mathbf{c}', \mathbf{c}) d^3 \mathbf{c}', \quad c_n \geq 0. \quad (43)$$

\mathbf{c}' ist die Geschwindigkeit der einfallenden Gasteilchen, \mathbf{c} die Geschwindigkeit der reflektierten Gasteilchen, $c_n = \mathbf{c} \cdot \mathbf{n}$ ist die Normalkomponente der Geschwindigkeit und \mathbf{n} ist der auf der Fläche senkrecht stehende Einheitsvektor. Der explizite Ausdruck des Streukerns $R(\mathbf{c}', \mathbf{c})$ hängt von der Wechselwirkung zwischen Gas und Oberfläche ab.

Zu dieser Beschreibung wird oft der Akkommodationskoeffizient α benutzt, welcher definiert ist als

$$\alpha(\psi) = \frac{j^-(\psi) - j^+(\psi)}{j^-(\psi) - j_{\text{diff}}^+(\psi)}, \quad j^\pm(\psi) = \int_{\substack{c_n > 0 \\ c_n < 0}} |c_n| f(\mathbf{c}) \psi(\mathbf{c}) d\mathbf{c}, \quad (44)$$

wobei $j^\pm(\psi)$ der reflektierte (+) bzw. einfallende (-) Gasstrom ist und j_{diff}^+ der bei diffuser Streuung entstehende Gasstrom. Für $\psi = (1/2) m c^2$ ergibt $\alpha(\psi)$ den Energieakkommodationskoeffizienten.

Die gut bekannte diffuse Streuung (Kosinusgesetz) entspricht dem folgenden Kern

$$R_d(\mathbf{c}', \mathbf{c}) = \frac{m_T^2 c_n}{2\pi(kT_W)^2} \exp\left(-\frac{m_T c^2}{2kT_W}\right). \quad (45)$$

T_W ist die Wandtemperatur. Physikalisch bedeutet diese Art der Streuung, dass die Ausfallrichtung des reflektierten Teilchens unabhängig von der seiner Einfallsrichtung auf die Wandoberfläche ist. Das Teilchen wird komplett akkommodiert, weil bei dieser Art der Streuung $\alpha = 1$ ist. Für viele praktische Fälle ist die Annahme der diffusen Streuung gerechtfertigt, insbesondere bei rauen technischen Oberflächen, und liefert zuverlässige Ergebnisse. Bei glatten und mikroskopisch reinen, besonders einkristallinen, Oberflächen dagegen kann es Abweichungen von der diffusen Streuung geben.

Unvollständige Akkommodation wird behandelt, indem man für einen Teil der Teilchen diffuse Streuung annimmt und für den restlichen Teil spiegelnde Reflexion. Dieses Modell der Gas-Wand-Wechselwirkung wird diffus-spiegelnd genannt. Wenn man in diesem Modell den Akkommodationskoeffizienten nach Gl. 44 berechnet, erhält man als Ergebnis, dass der diffus reflektierte Teil genau gleich

dem Akkommodationskoeffizienten α für jede Funktion $\psi(\mathbf{c})$ ist. Der entsprechende Kern schreibt sich zu

$$R_{ds}(\mathbf{c}', \mathbf{c}) = \alpha R_d(\mathbf{c}', \mathbf{c}) + (1 - \alpha) \delta(\mathbf{c}'_t - \mathbf{c}_t) \delta(c'_n - c_n), \quad (46)$$

mit \mathbf{c}_t als zweidimensionaler Vektor der Tangentialgeschwindigkeit. δ ist hier die Dirac'sche Delta-funktion.¹ (nicht der Gasverdünnungsparameter).

Experimentell erhaltene Werte berichtet in [12] sind in Tab. 1 wiedergegeben. Diese Ergebnisse wurden für atomar reine Oberflächen, die durch Verdampfung im Ultrahochvakuum hergestellt wurden, erhalten.

Es gibt jedoch experimentelle Ergebnisse, die den Voraussagen des Kerns aus Gl. 46 widersprechen. Der Hauptgrund ist, dass der oben definierte diffusspiegelnde Kern nur einen Parameter enthält und dieser nicht ausreicht, die komplexe Gas-Wand-Wechselwirkung zu beschreiben. Für diese Zwecke sollte der Kern von Cercignani und Lampis (CL) [13], der mehr Parameter enthält, verwendet werden:

$$R_{CL}(\mathbf{c}'|\mathbf{c}) = \frac{m_T^2 c_n}{\pi^2 a_n \sigma_t (2 - \sigma_t) (2kT_W)^2} \exp\left(-\frac{m_T [c_t - (1 - \sigma_t)c'_t]^2}{(2kT_W)\sigma_t(2 - \sigma_t)}\right) \times \exp\left(-\frac{m_T [c_n^2 + (1 - a_n)c'_n^2]}{2kT_W a_n}\right) \cdot \int_0^{2\pi} \exp\left(-\frac{m_T \sqrt{1 - a_n} c_n c'_n \cos\Phi}{kT_W a_n}\right) d\Phi \quad (47)$$

$a_n(0-1)$ ist der mit der Energie der senkrechten Einfallsgeschwindigkeit c_n verbundene Akkommodationskoeffizient; $\sigma_t(0-2)$ ist der mit dem Tangentialimpuls verbundene Akkommodationskoeffizient. Wenn man den Kern (Gl. 47) in Gl. 44 mit $\psi = (1/f2)m_T c_n^2$ einsetzt, erhält man $\alpha(\psi) = a_n$. Benutzt man die Funktion $\psi = m_T c_t$ in Gl. 44, erhält man $\alpha(\psi) = \sigma_t$. Im Spezialfall $a_n = \sigma_t = 1$, wird der Kern (Gl. 47) identisch zum diffusen Streukern (Gl. 45). Die Kombination $a_n = 0$ und $\sigma_t = 2$ bedeutet eine Rückstreuung, welche an sehr rauen Oberflächen möglich ist. Tab. 2 zeigt Werte für die Akkommodationskoeffizienten a_n und σ_t , welche aus experimentellen Werten für den Schlupfkoeffizienten [14] und den Wärmeaustausch [15] erhalten wurden. Diese Experimente wurden mit technischen Oberflächen ohne spezielle Behandlung durchgeführt.

Aus den Tab. 1 und 2 kann man erkennen, dass bei den schweren Gasen wie Kr, Xe und CO₂ die Akkommodation vollständig ist, während leichte Gase wie He und Ne nicht vollständig diffus streuen. Die Akkommodationskoeffizienten hängen auch von der chemischen Zusammensetzung der Oberfläche ab. Bei einer atomar reinen Oberfläche ist, wie bereits erwähnt, die Streuung nicht vollständig diffus.

¹Die Delta-Funktion hat folgende Eigenschaften: $\delta(x) = 0$ für alle $x \neq 0$; $\delta(x) = \infty$ für $x = 0$; $\int_{-\infty}^{+\infty} \delta(x) dx = 1$.

Tab. 1 Akkommodationskoeffizient α nach experimentellen Daten aus [12] unter Benutzung des spiegelnd-diffusen Kerns (Gl. 46): a – atomar reines Silber, b – atomar reines Titan, c – mit Sauerstoff bedecktes Titan

Gas	α		
Gas	a	b	c
He	0,71	0,71	0,96
Ne	0,80		
Ar	0,88	0,87	0,98
Kr	0,92	0,92	1,00

Tab. 2 Akkommodationskoeffizienten a_n und σ_t , welche aus experimentellen Werten [14, 15] unter Verwendung des CL Kerns (Gl. 47) erhalten wurden. Diese Experimente wurden mit technischen Oberflächen ohne spezielle Behandlung durchgeführt. Vergleiche auch Tab. 4 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“

Gas	σ_t	a_n
He	0,90	0,10
Ne	0,89	0,75
Ar	0,96	1,00
Kr	1,00	1,00
Xe	1,00	1,00
H ₂	0,95	
N ₂	0,91	
CO ₂	1,00	

2 Berechnungsmethoden von Gasströmen

2.1 Allgemeine Bemerkungen

Die Berechnungsmethoden hängen von der Strömungsform ab: Im viskosen Strömungsbereich ($Kn < 0,01$) werden die Gleichungen der Kontinuumsmechanik erfolgreich angewendet. Die auf diesen Gleichungen basierenden Ergebnisse wurden im ► Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“ vorgestellt. Bei moderater Verdünnung, etwa $Kn < 0,1$, können ebenfalls die Methoden der Kontinuumsmechanik angewendet werden, wenn der Geschwindigkeitsschlupf und Temperatursprung als Randbedingungen berücksichtigt werden. Die explizite Form dieser Randbedingungen, sowie Werte für den Schlupf- und Sprungkoeffizienten werden im Abschn. 3 behandelt. Das molekulare Strömungsgebiet ($Kn > 1$) ist sowohl analytischen als auch numerischen Rechenmethoden relativ leicht zugänglich, weil sich die Gasteilchen unabhängig voneinander bewegen. Wichtige Ergebnisse für dieses Gebiet werden im Abschn. 4 diskutiert.

In diesem Abschnitt soll die Behandlung des Übergangsgebiets entwickelt werden, in dem einerseits die Navier-Stokes-Gleichung nicht mehr gültig ist, andererseits aber auch die Stöße zwischen Molekülen nicht vernachlässigt werden

können. Die in diesem Gebiet angewandten Methoden lassen sich in zwei Gruppen einteilen: Solche, die den deterministischen Ansatz der Lösung der kinetischen Boltzmanngleichung Gl. 19 verfolgen, und solche, die einen wahrscheinlichkeits-theoretischen Ansatz durch die Simulation einer großen Zahl von Modellteilchen, welche untereinander und mit den Wänden stoßen, verfolgen. Im Folgenden werden die wesentlichen Ideen, sowie Vor- und Nachteile der beiden Ansätze beschrieben.

2.2 Die deterministische Methode

Diese Methode basiert auf der analytischen oder numerischen Lösung der kinetischen Gl. 19 bzw. ihrer linearisierten Form Gl. 23. Das Stoßintegral J wird in der Regel durch ein Modell ersetzt, siehe Gl. 39 oder Gl. 42. Im Folgenden soll die deterministische Methode am BGK-Modell illustriert werden, d. h., Gl. 19 mit Gl. 39, die Methode ist aber die gleiche für jedes andere Modell und für die Boltzmanngleichung selbst.

Wenn ein Parametersatz für die Teilchengeschwindigkeit \mathbf{c}_i gewählt ist, wird die kinetische Gl. 19 durch ein System von Differentialgleichungen für die Funktionen $f_i(\mathbf{r}) = f(\mathbf{r}, \mathbf{c}_i)$ ersetzt, welche durch das Stoßintegral gekoppelt sind. Es gilt

$$\mathbf{c}_i \cdot \frac{\partial f_i(\mathbf{r})}{\partial \mathbf{r}} + v(\mathbf{r})f_i(\mathbf{r}) = v(\mathbf{r})f_i^M(\mathbf{r}), \quad (48)$$

wobei Gl. 39 benutzt wurde. Die Maxwellverteilung $f_i^M(\mathbf{r})$ ist durch Gl. 15 definiert und hängt von den Koordinaten \mathbf{r} über die Größen $n(\mathbf{r})$, $\mathbf{v}(\mathbf{r})$ und $T(\mathbf{r})$ ab. Letztere werden durch eine Integrationsmethode berechnet, also

$$\begin{bmatrix} n(\mathbf{r}) \\ \mathbf{v}(\mathbf{r}) \\ T(\mathbf{r}) \end{bmatrix} = \sum_i \begin{bmatrix} 1 \\ \frac{1}{n}\mathbf{c}_i \\ \frac{m_T}{3nk}(\mathbf{c}_i - \mathbf{v})^2 \end{bmatrix} f_i(\mathbf{r}) W_i, \quad (49)$$

wobei die Gl. 6, 7 und 9 benutzt wurden. Die kontinuierliche Größe \mathbf{c} wird durch diskrete Punkte \mathbf{c}_i („Knoten“) ersetzt, W_i ist die Gewichtung des Knotens \mathbf{c}_i .

Das Gleichungssystem Gl. 48 und 49 wird iterativ gelöst. Zu Beginn werden für die Größen $n(\mathbf{r})$, $\mathbf{v}(\mathbf{r})$ und $T(\mathbf{r})$ an allen Ortpunkten \mathbf{r} Werte angenommen. Danach werden die folgenden Schritte durchgeführt:

- (i) Die Differentialgleichungen Gl. 48 werden für jede Teilchengeschwindigkeit c_i durch eine Differenzengleichung gelöst.
- (ii) Es werden neue Werte für die Größen in Gl. 49 an allen Raumpunkten berechnet.
- (iii) Prüfung der Konvergenz durch Vergleich der Größen zweier aufeinanderfolgender Iterationen. Wenn das gewünschte Konvergenzkriterium erreicht ist, werden alle Größen von Interesse (Dichte, Strömungsgeschwindigkeit,

Drucktensor,² Temperatur etc.) nach Gl. 49 berechnet und die Iteration beendet. Ist die Konvergenz noch nicht erreicht, werden die drei Schritte wiederholt.

Die wesentlichen Vorteile der Methode der diskreten Geschwindigkeiten sind zweierlei: (i) Da die Methode deterministisch ist, gibt es kein statistisches Rauschen. Aus diesem Grund ist die Methode unverzichtbar bei kleinen Machzahlen. (ii) Der benötigte Rechenspeicher ist gering, weil die Berechnungen so ausgeführt werden können, dass es nicht nötig ist, die Verteilungsfunktion im gesamten Phasenraum zu speichern.

Die Nachteile sind: Die Umsetzung der Methode bedarf einer sorgfältigen Wahl des Gitternetzes sowohl im räumlichen als auch im Geschwindigkeitsbereich. Bei komplexen geometrischen Strukturen ist es nicht einfach, ein geeignetes Gitternetz zu finden. Bei manchen praktischen Problemen ist die Verteilungsfunktion unstetig, was eine Modifikation der Methode erfordert. Bei kleinen Knudsenzahlen ist die Konvergenzgeschwindigkeit sehr gering, weswegen bestimmte Beschleunigungsprozeduren [16] angewendet werden müssen. Diese Prozeduren sind in [5], § 3.13, und in [6, 17] erläutert.

Wenn man eine linearisierte Modellgleichung verwendet, erhält man ein System von Integralgleichungen für die Momente der Verteilungsfunktion. Diese Gleichungen können mit relativ geringem Rechenaufwand durch Variationsmethoden gelöst werden. In diesem Fall muss auf die Unstetigkeit im Geschwindigkeitsnetz und in der Verteilungsfunktion geachtet werden. Diese Methode benötigt jedoch einen großen Rechenspeicher. Sie ist genauer im Kap. IV.12 von [1] erläutert.

2.3 Wahrscheinlichkeitsmethoden

Die Wahrscheinlichkeitsmethoden bestehen aus numerischen Simulationen der Teilchenbewegung, der Wechselwirkungen untereinander und mit einer Wand. Da sowohl Molekül-Molekül wie Molekül-Wand-Wechselwirkungen (Stöße) stochastische Prozesse sind, werden Zufallsgeneratoren in den Simulationen benutzt. Man nennt dieses Lösungsverfahren daher im Englischen Direct Simulation Monte Carlo (DSMC) Methode, d. h. die direkte Simulation der Teilchenbewegung mit einer Monte-Carlo-Methode.

Um diese Methode anzuwenden, wird der räumliche Strömungsbereich gitterartig mit Zellen belegt, wobei die Zellen so klein sind, dass sich die Strömungseigenschaften in einer Zelle nicht wesentlich ändern. Anschließend wird eine größere Anzahl (etwa 10^7) von Teilchen über den Strömungsbereich verteilt, d. h. ihre Ortsvektoren \mathbf{r}_i und ihre Geschwindigkeiten c_i festgelegt und in einen Rechenspeicher geschrieben. Sodann wird die Zeit in diskreten Schritten Δt erhöht, wobei Δt wesentlich kleiner als die mittlere Zeit zwischen zwei aufeinanderfolgenden Stößen

² P_{xz} wird berechnet durch $p_{XZ} = \sum_i m_T(c_{xi} - v_x)(c_{zi} - v_z)f_i(\mathbf{r})W_i$.

ist. Teilchenbewegung und Stöße sind unkorreliert über das Zeitinkrement Δt durch die Wiederholung des folgenden Verfahrens:

- (i) Die Teilchen werden in der Zeit Δt um eine Strecke weiterbewegt, die sich aus ihren Geschwindigkeiten und Δt ergibt. Ihre neuen Positionen werden aus

$$\mathbf{r}_{i,\text{neu}} = \mathbf{r}_{i,\text{alt}} + \mathbf{c}_i \Delta t \quad (50)$$

berechnet. Sollte die Trajektorie eine Wandoberfläche schneiden, wird die Gas-Wand-Wechselwirkung nach einem gegebenen Gesetz simuliert und eine neue Geschwindigkeit \mathbf{c}_i erzeugt, mit der dann das Teilchen seinen Weg fortsetzt. Sollte die neue Position $\mathbf{r}_{i,\text{neu}}$ außerhalb des interessierenden Bereichs liegen, z. B. außerhalb einer Eintritts- oder Austrittsblende, so wird die Information des Teilchens gelöscht.

- (ii) Neue Teilchen werden an Flächen erzeugt, wo es eine Einströmung gibt. Dies ist nötig, wenn das Gas sich nicht in einem abgeschlossenen Behälter befindet. Die Randbedingungen bestimmen die Details der Erzeugung. In der Regel wird gemäß einer Maxwellverteilung mit bestimmten Werten von n und T sowie mit der Strömungsgeschwindigkeit \mathbf{v} erzeugt.
- (iii) Eine repräsentative Zahl von Stößen $N_{\text{stoß}}$, die sich aus Δt und der momentanen Zahl der Teilchen N in einer Zelle ergibt, wird gemäß der NTC-Methode (non time counter) [1] zu

$$N_{\text{stoß}} = \frac{1}{2} \bar{N} \bar{N} F_N (\sigma c_r)_{\max} \frac{\Delta t}{V_Z} \quad (51)$$

berechnet. \bar{N} ist die mittlere Zahl von Teilchen während aller vorheriger Zeitintervalle, F_N ist die Zahl der wirklichen Teilchen, die durch ein simuliertes repräsentiert werden sollen, σ ist der Wirkungsquerschnitt eines Teilchens, welcher von dessen Relativgeschwindigkeit c_r abhängen kann, $(\sigma c_r)_{\max}$ stellt den Maximalwert von σc_r dar und V_Z ist das Zellvolumen. Danach wird ein Zufallspaar aus derselben Zelle ausgewählt und ihr Produkt σc_r berechnet. Wenn das Verhältnis $(\sigma c_r)/(\sigma c_r)_{\max}$ kleiner als eine Zufallszahl zwischen 0 und 1 ist, wird das Paar für einen Stoß akzeptiert, wenn nicht, wird kein Stoß generiert. Dieses Verfahren gewährleistet, dass schnelle Teilchen öfter stoßen als langsame. Wenn ein Teilchenpaar zum Stoß ausgewählt wurde, werden die Geschwindigkeiten vor dem Stoß ersetzt durch gemäß dem Wechselwirkungspotential berechnete Werte. Im Ganzen werden $N_{\text{stoß}}$ Paare zum Test mit der Zufallswahl für einen Stoß ausgewählt oder nicht.

- (iv) Es werden die Momente nach Gl. 6 bis Gl. 10 berechnet. Beispielsweise wird in jeder Zelle die Strömungsgeschwindigkeit aus der durchschnittlichen Geschwindigkeit aller Moleküle berechnet, d. h.

$$\mathbf{v} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \mathbf{c}_i. \quad (52)$$

Die Schritte (i) bis (iv) müssen viele Male wiederholt werden, um einen stationären Fluss zu erhalten. Danach muss die Simulation fortgesetzt werden, um den Mittelwert mehrerer Werte der Momente berechnen zu können (Stichproben).

Im molekularen Strömungsbereich ($\text{Kn} \gg 1$) stoßen die Teilchen untereinander nicht und es ist nicht nötig, ihre Bewegungen gleichzeitig zu berechnen. Stattdessen kann die Bewegung jedes einzelnen Teilchens unabhängig von den anderen berechnet werden: Zu Beginn wird ein Teilchen an der Eintrittsfläche eines simulierten Systems mit genauer Position und Geschwindigkeit erzeugt. Aus diesen wird der erste Schnittpunkt mit einer Wand berechnet. An diesem Punkt wird eine neue Geschwindigkeit gemäß der Wechselwirkung mit der Wand generiert und der nächste Schnittpunkt mit einer Wand bestimmt. Auf diese Weise wird die Trajektorie des Teilchens solange berechnet, bis es auf eine Austrittsfläche aus dem betrachteten System trifft. Wiederholt man diese Simulation für viele Teilchen, kann man aus der statistischen Information die makroskopischen Größen wie den Massenfluss berechnen. Dieses Verfahren wird Monte-Carlo-Methode mit Probeteilchen genannt (test particle Monte-Carlo method).

Für die Wahrscheinlichkeitsmethoden werden somit weder ein Gitter im Geschwindigkeitsraum noch die Differenzenmethode gebraucht. Die räumlichen Zellen können leicht den geometrischen Erfordernissen angepasst werden. Es ist auch möglich, nicht-elastische Stöße in multiatomare Gase zu simulieren. Auch Phänomene wie Dissoziation, Ionisation etc. können ohne großen Aufwand berücksichtigt werden. Das Buch von Bird [1] enthält numerische Programme, die modifiziert werden können und für praktische Rechnungen verwendet werden können.

Wegen der Vorteile der DSMC und der Monte-Carlo-Methode mit Probeteilchen werden sie in der Praxis häufig benutzt und viele Forscher und Entwickler erwarten, dass mit diesen Methoden jedes gasdynamische Problem gelöst werden kann.

Es muss jedoch darauf hingewiesen werden, dass die Wahrscheinlichkeitsmethoden auch inhärente Grenzen und Nachteile haben. Ein wesentlicher Nachteil ist das statistische Rauschen, welches nur durch eine große Zahl von Probeteilchen, verbunden mit hohem Rechenaufwand, reduziert werden kann. Ursprünglich wurde die DSMC-Methode für sehr große Machzahlen entwickelt, wie sie bei thermodynamischen Problemen in der Luftfahrt auftreten. Bei solchen Bedingungen ist das statistische Rauschen sehr klein und schon eine relativ kleine Zahl von Testteilchen liefert zuverlässige Ergebnisse. Bei kleinen Machzahlen dagegen, wie es in Vakuumssystemen der Fall ist, braucht man eine große Zahl von Testteilchen, um statistisch gesicherte Ergebnisse zu erhalten. Dies verlängert die Rechenzeit erheblich und in diesem Fall sind die deterministischen Methoden beträchtlich im Vorteil.

3 Geschwindigkeitsschlupf und Temperatursprung

Bei moderater Gasverdünnung (Grobvakuum) können die Gleichungen der Kontinuumsmechanik unter Zuhilfenahme der Randbedingungen eines Geschwindigkeitsschlupfs und eines Temperatursprungs angewendet werden. Für einige Anwendungsgebiete können die Lösungen auch im Übergangsgebiet verwendet

werden. Die analytischen Ausdrücke mit den Randbedingungen für Schlupf und Sprung gehen für $\text{Kn} \rightarrow 0$ asymptotisch in die numerische Lösung der kinetischen Gleichung über. Die Lösungen mit Schlupf und Sprung können so als Test für die Unsicherheit von numerischen Ergebnissen dienen.

In diesem Abschnitt werden die Bedingungen für den Geschwindigkeitsschlupf und den Temperatursprung formuliert. Es werden Daten für die damit in Zusammenhang stehenden Koeffizienten empfohlen und Beispiele für Anwendungen gegeben.

3.1 Viskoser Schlupfkoeffizient

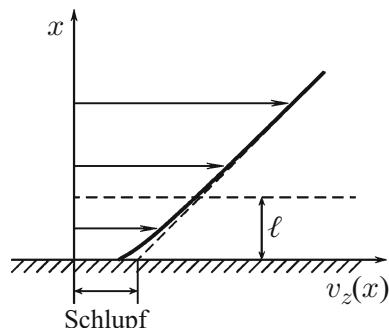
Man betrachte ein Gas, welches in z -Richtung entlang einer Wandfläche fließt. Die x -Achse zeige senkrecht von der Wandoberfläche weg in Richtung des Gases wie in Abb. 1 gezeigt. Die Randbedingung des Schlupfs besagt nun, dass die Strömungsgeschwindigkeit des Gases an der Oberfläche nicht Null ist, sondern gegeben durch

$$v_z = \beta_p \ell \frac{\partial v_z}{\partial x}, \quad \text{bei } x = 0, \quad (53)$$

wobei ℓ die in Gl. 1 definierte äquivalente freie Weglänge ist und β_p der viskose Schlupfkoeffizient, welcher aus der kinetischen Gleichung für die Knudsen-Schicht berechnet wird. Die Knudsen-Schicht ist die direkt über der Oberfläche liegende Schicht mit der Dicke der mittleren freien Weglänge. Zur Berechnung von β_p wird die Bedingung Gl. 43 für die Wandoberfläche bzw. die untere Ebenengrenze der Knudsen-Schicht angenommen, während für die obere Grenze (Abb. 1) eine lokale Maxwellverteilung angenommen wird. Die Größe $\xi = (\ell/c_w)(\partial v_z / \partial x)$ wird dabei als Linearisierungsparameter benutzt und die linearisierte kinetische Gl. 23 numerisch gelöst. Die Details der Berechnung des Schlupfkoeffizienten β_p und dazugehörige Werte können der Literatur entnommen werden [18–20].

Das Geschwindigkeitsprofil, welches in Abb. 1 durch die durchgezogene Linie gezeigt ist, ist die numerische Lösung des S-Modells. Außerhalb der Knudsen-Schicht ($x \geq \ell$) hängt die Geschwindigkeit linear von der x -Koordinate ab, d. h. $v_z \propto$

Abb. 1 Schema des viskosen Geschwindigkeitsschlupfs, Gl. 53: Die durchgezogene Linie zeigt das wirkliche Geschwindigkeitsprofil, die gestrichelte Linie die Extrapolation des linearen Geschwindigkeitsprofils bis zur Wand



$(\beta_p \ell + x)$. Innerhalb der Schicht $0 \leq x \leq \ell$ ist das Profil nicht linear. Die Geschwindigkeit ist etwas kleiner, lässt jedoch die erste Ordnung der Schlupfkorrektur unverändert. Aus diesem Grund wird der viskose Geschwindigkeitsschlupf β_p durch die Extrapolation des linearen Geschwindigkeitsprofils berechnet.

Der Wert des Geschwindigkeitsschlupfs, der für praktische Rechnungen empfohlen wird, ist

$$\beta_p = 1,018, \quad (54)$$

Bei nicht-vollständiger Akkommodation wurde die Boltzmanngleichung mit der Randbedingung Gl. 47 gelöst [20]. Es wurde beobachtet, dass der Geschwindigkeitsschlupf β_p nur sehr schwach durch den Energieakkommodationskoeffizienten a_n beeinflusst wird, jedoch stark vom Impulsaustauschkoeffizienten σ_t . Mit Hilfe des CL Streuungsgesetz kann β_p durch die Formel

$$\beta_p(\sigma_t) = \frac{1}{\sigma_t} [1,018(2 - \sigma_t) - 0,2640(1 - \sigma_t)] \quad (55)$$

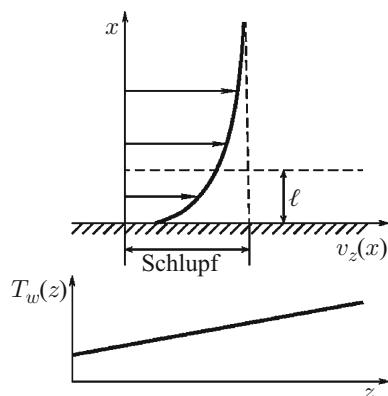
interpoliert werden. Daten für den viskosen Schlupfkoeffizienten für Gasmischungen können [21] entnommen werden.

3.2 Der Koeffizient des thermischen Schlups

Wenn die Temperatur einer Wandfläche entlang der z -Achse variiert, $T_w = T_w(z)$ (siehe Abb. 2), beginnt das Gas in der Nähe der Oberfläche von der kalten zur warmen Region zu strömen. Die Tangentialgeschwindigkeit v_z des Gases ist proportional dem Temperaturgradienten

$$v_z = \beta_T \frac{\eta}{T n m_T} \frac{\partial T}{\partial z}, \quad \text{bei } x = 0, \quad (56)$$

Abb. 2 Diagramm des thermischen Geschwindigkeitsschlups, Gl. 56: Die durchgezogene Linie stellt das reale Geschwindigkeitsprofil dar; die gestrichelte Linie ist die Geschwindigkeit weit weg von der Oberfläche



wobei β_T der Koeffizient des thermischen Schlupfs ist, welcher aus der linearisierten kinetischen Gleichung für die Knudsenschicht berechnet wird. Dabei wird die Größe $\xi = (\ell / T)(\partial T / \partial z)$ als kleiner Parameter benutzt. Die genaue Berechnungsmethode des Koeffizienten des thermischen Schlupfs mit Hilfe der kinetischen Gl. 23 und Werte sind in [20] und [22] beschrieben.

Die durchgezogene Kurve in Abb. 2 zeigt das Geschwindigkeitsprofil, welches aus der numerischen Lösung des S-Modells erhalten wurde. Außerhalb der doppelten Dicke der Knudsenschicht $x > 2 \ell$ ist die Geschwindigkeit praktisch konstant, während sie innerhalb $x \leq 2 \ell$ schnell abfällt. Die Veränderung des Geschwindigkeitsprofils in der Nähe der Oberfläche trägt in erster Ordnung nicht zum Schlupfkoeffizienten bei. Aus diesem Grund wird der thermische Geschwindigkeitsschlupf β_T durch den Wert weit weg von der Oberfläche berechnet, d. h. bei $x > 2 \ell$.

Für praktische Rechnungen wird folgender Wert empfohlen:

$$\beta_T = 1,175, \quad (57)$$

welcher für eine diffuse Gas-Wandwechselwirkung erhalten wurde. Wie in [20] gezeigt wird, ist β_T stark abhängig von den Akkommodationskoeffizienten a_n und σ_t , so dass es schwierig ist, eine Interpolationsformel für die in [20] gegebenen Werte zu finden. Für Gasmischungen werden Werte für β_T in [23] vorgeschlagen.

3.3 Der Koeffizient für den Temperatursprung

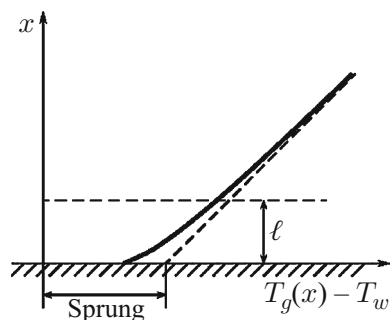
Wir nehmen nun an, dass sich die Temperatur in einer zur Wand senkrechten Richtung ändert. In diesem Fall ist die Temperatur des Gases T_G in Wandnähe nicht gleich der Wandtemperatur T_W , sondern es gibt einen Temperatursprung, welcher proportional zum Temperaturgradienten in Normalenrichtung ist. Es gilt

$$T_G - T_W = \zeta_T \ell \frac{\partial T_G}{\partial x}, \quad \text{bei } x = 0, \quad (58)$$

Wenn ζ_T den Koeffizienten des Temperatursprungs bezeichnet. Eine Darstellung des Sprungs ist in Abb. 3 gegeben. Um ζ_T zu berechnen, wird wiederum die kinetische Gl. 23 für die Knudsenschicht mit dem kleinen Parameter $\xi = (\ell / T)(\partial T / \partial x)$ gelöst. Auch hierfür finden sich die Einzelheiten der Berechnung sowie numerische Werte in [20].

Das in Abb. 3 durch die durchgezogene Linie gezeigte Temperaturprofil ist mit dem S-Modell berechnet. Außerhalb der doppelten Dicke der Knudsenschicht $x > 2 \ell$ hängt die Temperatur linear von x ab, während sie innerhalb $x \leq 2 \ell$ etwas stärker abfällt. Diese Abweichung ist von zweiter Ordnung mit der Knudsenzahl und wird in Rechnungen für den Temperatursprungkoeffizienten vernachlässigt.

Abb. 3 Diagramm des Temperatursprungs bei sich ändernder Temperatur senkrecht zur Wand, Gl. 58: Die durchgezogene Linie stellt das reale Temperaturprofil des Gases dar, die gestrichelte Linie die Extrapolation des linearen Temperaturprofils bis zur Oberfläche



Es wird empfohlen, den Wert

$$\xi_T = 1,954 \quad (59)$$

in der Praxis zu benutzen, welcher wiederum für eine Gas-Wandwechselwirkung mit vollständiger Akkommodation erhalten wurde.

Für Fälle nicht-diffrusiver Streuung können Werte für ζ_T in [20] gefunden werden. Wie beim thermischen Schlupf hängt ζ_T stark von den Akkommodationskoeffizienten a_n und σ_t ab, so dass keine Interpolationsformel gefunden wurde.

Für Gasmischungen wurden Werte für ζ_T in [24] berechnet.

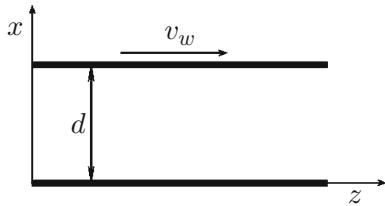
4 Impuls- und Wärmetransport durch verdünnte Gase

In diesem Abschnitt werden zwei klassische Probleme der Strömungsmechanik behandelt: Die Couette-Strömung, also die Strömung, die entsteht, wenn ein Gas zwischen zwei Wandflächen, die sich relativ zueinander bewegen, eingeschlossen ist, und der Wärmetransport durch ein Gas zwischen zwei Wandflächen, die sich auf verschiedener Temperatur befinden. Beide Probleme werden über den ganzen Bereich der Gasverdünnung einschließlich der analytischen Lösungen für den Geschwindigkeits- und Temperaturschlupfbereich behandelt.

4.1 Ebene Couette-Strömung

Man betrachte zwei Platten bei $x = 0$ und $x = d$ wie in Abb. 4 gezeigt. Die untere Platte ($x = 0$) sei fest, die obere Platte bewege sich mit der Geschwindigkeit v_W nach rechts. Um die linearisierte Boltzmann-Gleichung anwenden zu können, muss vorausgesetzt werden, dass v_W sehr viel kleiner als die wahrscheinlichste Geschwindigkeit c_W der Gasteilchen ist. Das Verhältnis $\xi = v_W / c_W$ wird als kleiner Parameter für die Linearisierung benutzt. Der Abstand d wird als charakteristische Größe verwendet, so dass der Verdünnungsfaktor gegeben ist durch

Abb. 4 Schema und Bezeichnungen der Couette-Strömung zwischen zwei ebenen Platten



$$\delta = \frac{dp}{\eta c_w}. \quad (60)$$

Unser Ziel ist es, das Geschwindigkeitsprofil $v_z(x)$ und die Scherspannung P_{xz} als Funktion von δ zu berechnen. Man beachte, dass sich P_{xz} zwischen den Platten wegen des Impulserhaltungsgesetzes nicht ändert.

Im molekularen Strömungsbereich ($\delta \rightarrow 0$) wird die kinetische Gl. 23 analytisch gelöst (siehe Abschn. 4.2 in [5]). Für die diffuse Gas-Wandwechselwirkung werden die Scherspannung P_{xz}^{mol} und die Strömungsgeschwindigkeit v_z zu

$$P_{xz}^{\text{mol}} = -\frac{p}{\sqrt{\pi}} \frac{v_w}{c_w}, \quad v_z(x) = \frac{v_w}{2}, \quad \text{für } \delta \rightarrow 0. \quad (61)$$

Das heißt, in diesem Strömungsbereich ist v_z konstant zwischen den Platten und gleich dem Mittelwert ihrer Geschwindigkeiten.

Für kleine Werte des Verdünnungsparameters δ gelingt es, die kinetische Gleichung durch Näherungsmethoden zu lösen und eine Korrektur erster Ordnung an die Werte des molekularen Strömungsbereichs anzubringen:

$$P_{xz} = P_{xz}^{\text{mol}} \left(1 - \frac{\sqrt{\pi}}{2} \right) \delta, \quad \text{für } \delta \ll 1. \quad (62)$$

Im viskosen Strömungsbereich ($\delta \rightarrow \infty$) wird die Navier-Stokes-Gleichung mit der Randbedingung des Schlupfs Gl. 53 angewendet. Man erhält

$$v_z = \begin{cases} v_w - \beta_P \ell \frac{dv_z}{dx} & \text{bei } x = d \\ \beta_P \ell \frac{dv_z}{dx} & \text{bei } x = 0 \end{cases} \quad (63)$$

Die Schlupfbedingung an der oberen Platte ($x = d$) bestimmt die Differenz zwischen der Plattengeschwindigkeit v_w und der des Gases v_z . Das Geschwindigkeitsprofil wird analytisch erhalten zu

$$v_z(x) = v_w \left(\frac{x}{d} + \frac{\beta_p}{\delta} \right) \left(1 + 2 \frac{\beta_p}{\delta} \right)^{-1} \quad \text{für } \delta \gg 1. \quad (64)$$

Die Scherspannung erhält man aus Gl. 30 zu

$$P_{xz} = -\eta \frac{v_w}{d} \left(1 + 2 \frac{\beta_p}{\delta}\right)^{-1} = P_{xz}^{\text{mol}} \frac{\sqrt{\pi}}{\delta + 2\beta_p}, \text{ für } \delta \gg 1 \quad (65)$$

Wie zu erwarten, vermindert der Geschwindigkeitsschlupf auf der Oberfläche die Scherspannung.

Beispiel 1

Stickstoff befindet sich zwischen zwei parallelen Platten wie in Abb. 4 gezeigt. Berechne (drei signifikante Stellen) die Geschwindigkeit $v_z(x)$ des Gases bei $x = 0$ und $x = d$ sowie die Scherspannung unter folgenden Bedingungen: Abstand d der Platten 2 mm, Geschwindigkeit $v_w = 300 \text{ m/s}$, $t = 20^\circ\text{C}$. Man betrachte 2 Druckwerte (a) 0,05 Pa (b) 50 Pa.

Es ist $M = 0,028 \text{ kg/mol}$, $\eta = 17,5 \cdot 10^{-6} \text{ Pa s}$ (siehe Tab. 2 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“, beachte Temperaturabhängigkeit), $\beta_p = 1,018$. Mit Gl. 42 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ wird die wahrscheinlichste Geschwindigkeit berechnet:

$$c_w = \sqrt{\frac{2 \cdot 8,31 \text{ Jmol}^{-1}\text{K} \cdot 293\text{K}}{0,028 \text{ kgmol}^{-1}}} = 417 \text{ m/s}$$

(a) Der Gasverdünnungsparameter wird nach Gl. 60 berechnet:

$$\delta = \frac{0,002 \text{ m} \cdot 0,05 \text{ Pa}}{17,5 \cdot 10^{-6} \text{ Pas} \cdot 417 \text{ m/s}} = 0,0137$$

Somit ist $\delta \ll 1$ und 61 anzuwenden.

$$v_z(0) = v_z(d) = (300 \text{ m/s})/2 = 150 \text{ m/s},$$

$$P_{xz} = -\frac{0,05 \text{ Pa}}{1,77} \frac{300 \text{ m/s}}{417 \text{ m/s}} = -0,0203 \text{ Pa}$$

(b) Der Gasverdünnungsparameter wird nach Gl. 60 berechnet:

$$\delta = \frac{0,002 \text{ m} \cdot 50 \text{ Pa}}{17,5 \cdot 10^{-6} \text{ Pas} \cdot 417 \text{ m/s}} = 13,7$$

Somit ist $\delta \gg 1$ und Gl. 64 und 65 sind anzuwenden:

$$v_z(0) = 300 \text{ m/s} \frac{1,018/13,7}{1 + 2 \cdot 1,018/13,7} = 19,4 \text{ m/s}$$

$$v_z(d) = 300 \text{ m/s} \frac{1 + 1,018/13,7}{1 + 2 \cdot 1,018/13,7} = 281 \text{ m/s},$$

$$P_{xz} = -\frac{17,5 \cdot 10^{-6} \text{ Pas} \cdot 300 \text{ ms}^{-1}}{0,002 \text{ m} \cdot (1 + 2 \cdot 1,018/13,7)} = -2,29 \text{ Pa}.$$

Im Übergangsgebiet ($\delta \approx 1$) löst man die kinetische Gl. 23 numerisch. Wenn die Störungsfunktion h bekannt ist, werden die Strömungsgeschwindigkeit $v_z(x)$ und die Scherspannung P_{xz} unter Zuhilfenahme der Gl. 26 und 27 berechnet. Die entsprechenden Ergebnisse werden in [25–27] beschrieben. Das Geschwindigkeitsprofil $v_z(x)$, welches mit dem BGK-Modell bei vollständiger Akkommodation numerisch erhalten wird, ist in Abb. 5 für 4 verschiedene Werte der Gasverdünnung gezeigt. Bei $\delta = 10$ ist die Lösung der kinetischen Gleichung sehr nahe an der analytischen Schlupflösung (Gl. 64). Im molekularen Strömungsbereich ($\delta \rightarrow \infty$) stimmen der Ausdruck Gl. 64 und die Lösung für den molekularen Strömungsbereich Gl. 61 überein und liefern als Geschwindigkeit $v_w/2$. Die numerische Lösung für $\delta = 0,01$ ist diesem Wert sehr nahe. Im Übergangsbereich ($\delta = 1$) und nahe am molekularen Bereich ($\delta = 0,1$) dagegen erbringt die Schlupflösung keine zuverlässigen Ergebnisse.

Die Scherspannung ist in Abb. 6 und in Tab. 3 als Funktion der Gasverdünnung δ gezeigt. Die Schlupflösung (Gl. 65) liefert für $\delta \geq 1$ bis zum Übergangsgebiet gute

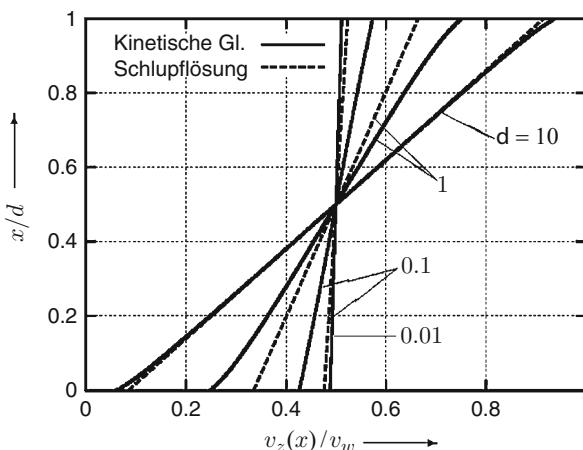
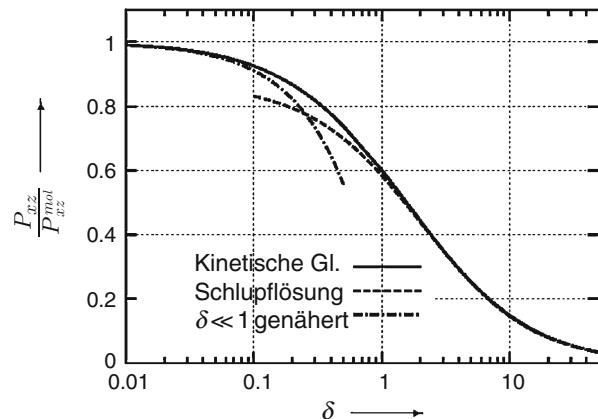


Abb. 5 Geschwindigkeitsprofil für ebene Couette-Strömung bei verschiedenen Werten der Gasverdünnung δ

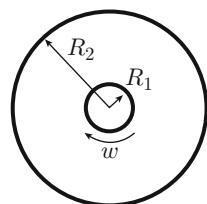
Abb. 6 Scherspannung P_{xz} bei der ebenen Couette-Strömung als Funktion des Gasverdünnungsparameters δ : Durchgezogene Linie – numerische Lösung des BGK-Modells [25]; gestrichelt – Schlupflösung (Gl. 65); strichpunktiert – Lösung für den molekularen Strömungsbereich (Gl. 62)



Tab. 3 Normierte Scherspannung zwischen zwei Platten und zwei koaxialen Zylindern in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ ([25, 29]). Die Werte sind normiert auf den Wert für $\delta = 0$ im molekularen Strömungsbereich (Gl. 61 bzw. Gl. 67)

δ	P_{xz}/P_{xz}^{mol}	$P_{r\phi}/q_{r\phi}^{mol}$ zylindrisch		
	eben	$R_2/R_1 = 2$	3	5
0,01	0,9914	0,9988	0,9987	0,9987
0,1	0,9258	0,9883	0,9871	0,9866
1,0	0,6008	0,8811	0,8669	0,8601
2,0	0,4437	0,7725	0,7465	0,7338
5,0	0,2523	0,5458	0,5076	0,4874
10,0	0,1473	0,3540	0,3180	0,3057
20,0	0,0805	0,2080	0,1816	0,1750

Abb. 7 Geometrie für die zylindrische Couette-Strömung



Ergebnisse. Dies trifft allerdings nur für die ebene Couette-Strömung zu. Für andere Geometrien funktioniert die Schlupflösung nur in kleineren Intervallen von δ .

4.2 Zylindrische Couette-Strömung

Man betrachte eine Gasströmung zwischen zwei koaxialen Zylindern mit den Radien R_1 und R_2 wie in Abb. 7 gezeigt. Der innere Zylinder rotiere mit einer Winkelgeschwin-

digkeit ω , der äußere sei in Ruhe. Zweckmäßiger verwendet man hier die Zylinderkoordinaten r und φ , so dass die Scherspannung $P_{r\varphi}$ berechnet wird. Es wird angenommen, dass die Oberflächengeschwindigkeit ωR_1 des inneren Zylinders wesentlich kleiner als die wahrscheinlichste Geschwindigkeit c_w ist. Die kleine Größe $\xi = \omega R_1/c_w$ wird verwendet, um die kinetische Gleichung zu linearisieren. Der Radius des inneren Zylinders wird verwendet; um den Gasverdünnungsparameter zu berechnen:

$$\delta = \frac{R_1 p}{\eta c_w}. \quad (66)$$

Wir berechnen die Scherspannung $P_{r\varphi}$ und die azimuthale Strömungsgeschwindigkeit v_φ , welche durch den Gasverdünnungsparameter δ und das Radiusverhältnis R_2/R_1 bestimmt sind. Bei der zylindrischen Couette-Strömung ist die Größe $P_{r\varphi} r^2$ wegen der Impulserhaltung konstant. r ist der Abstand von der Zylinderachse.

Im molekularen Strömungsbereich wird die kinetische Gl. 23 analytisch gelöst. Die Scherspannung ergibt sich zu

$$P_{r\varphi}^{\text{mol}}(r) = \frac{p}{\sqrt{\pi}} \frac{\omega R_1^3}{c_w r^2}, \quad \text{für } \delta \rightarrow 0. \quad (67)$$

Man beachte, dass für $r = R_1$ an der Oberfläche des inneren Zylinders dieser Ausdruck mit dem für die ebene Couette-Strömung identisch wird. Die Lösung für das Geschwindigkeitsprofil lautet:

$$v_\varphi(r) = \frac{\omega R_1}{\pi} \left[\frac{r}{R_1} \arcsin\left(\frac{R_1}{r}\right) - \sqrt{1 - \left(\frac{R_1}{r}\right)^2} \right], \quad \text{für } \delta \rightarrow 0. \quad (68)$$

Es ist interessant, dass die Ausdrücke Gl. 67 und 68 nicht vom Radius R_2 des äußeren Zylinders abhängen, sondern nur von dem des inneren R_1 .

Im viskosen Strömungsbereich wird die Navier-Stokes-Gleichung in Zylinderkoordinaten gelöst. Auch die Randbedingung des Schlupfs Gl. 53 muss in Zylinderkoordinaten (r, φ) geschrieben werden:

$$v_\varphi = \begin{cases} \omega R_1 + \beta_P \ell \left(\frac{dv_\varphi}{dr} - \frac{v_\varphi}{r} \right), & \text{bei } r = R_1 \\ -\beta_P \ell \left(\frac{dv_\varphi}{dr} - \frac{v_\varphi}{r} \right), & \text{bei } r = R_2 \end{cases}. \quad (69)$$

Die Lösung ergibt für das Geschwindigkeitsprofil

$$v_\varphi(r) = \omega R_1^2 \left[1 - \frac{r}{R_2^2} \left(1 - 2 \frac{R_1}{R_2} \frac{\beta_p}{\delta} \right) \right] D, \quad \text{für } \delta \gg 1 \quad (70)$$

wobei

$$D = \left\{ 1 - \left(\frac{R_1}{R_2} \right)^2 + 2 \frac{\beta_p}{\delta} \left[\left(\frac{R_1}{R_2} \right)^3 + 1 \right] \right\}^{-1}. \quad (71)$$

Gleichung Gl. 30 kann in Zylinderkoordinaten geschrieben werden mit

$$P_{r\phi}(r) = -\eta \left(\frac{dv_\phi}{dr} - \frac{v_\phi}{r} \right). \quad (72)$$

Einsetzen von Gl. 70 liefert für die Scherspannung

$$P_{r\Phi}(r) = 2\eta\omega \frac{R_1^2}{r^2} D = P_{r\Phi}^{\text{mol}}(r) \frac{2\sqrt{\pi}}{\delta} D, \text{ für } \delta \gg 1 \quad (73)$$

Wenn $R_2 / R_1 \rightarrow \infty$ ergibt sich

$$P_{r\Phi}(r) = 2\eta\omega \frac{R_1^2}{r^2} \left(1 + 2 \frac{\beta_p}{\delta} \right)^{-1}, \text{ für } \delta \gg 1 \text{ und } R_2 \gg R_1. \quad (74)$$

Bereits für $R_2 / R_1 \geq 5$ liefert dieser Ausdruck die Scherspannung mit einem Näherungsfehler von weniger als 4 %.

Beispiel 2

Stickstoff befindet sich in zwei koaxialen Zylindern wie in Abb. 7 gezeigt. Man berechne (drei signifikante Stellen) die Geschwindigkeit $v_r(\mathbf{r})$ des Gases bei $r = R_1$ und $r = R_2$ sowie die Scherspannung $P_{r\phi}$ unter folgenden Bedingungen: $R_1 = 5 \text{ mm}$, $R_2 = 2R_1$, $\omega = 10^4 \text{ s}^{-1}$, $t = 20^\circ\text{C}$. Man betrachte 2 Druckwerte (a) 0,015 Pa (b) 15 Pa.

Es ist $M = 0,028 \text{ kg/mol}$, $\eta = 17,5 \cdot 10^{-6} \text{ Pa s}$ (siehe Tab. 2 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“, beachte Temperaturabhängigkeit), $\beta_p = 1,018$. Die wahrscheinlichste Geschwindigkeit wurde bereits in Beispiel 1 berechnet: $c_W = 417 \text{ m/s}$.

(a) Der Gasverdünnungsparameter wird nach Gl. 66 berechnet:

$$\delta = \frac{0,005 \text{ m} \cdot 0,015 \text{ Pa}}{17,5 \cdot 10^{-6} \text{ Pas} \cdot 417 \text{ m/s}} = 0,0103$$

Somit ist $\delta \ll 1$ und Gl. 68 und 67 sind anzuwenden:

$$v_\phi(R_1) = \frac{\omega R_1}{2} = \frac{10^4 \text{ s}^{-1} \cdot 0,005 \text{ m}}{2} = 25 \text{ m/s},$$

$$v_\phi(R_2) = \frac{10^4 \text{s}^{-1} \cdot 0,005 \text{m}}{3,14} \left[2 \arcsin\left(\frac{1}{2}\right) - \sqrt{1 - 0,25} \right] = 2,88 \text{ m/s},$$

$$P_{r\phi}(R_1) = \frac{p}{\sqrt{\pi}} \frac{\omega R_1}{c_w} = - \frac{0,015 \text{ Pa}}{1,77} \cdot \frac{10^4 \text{s}^{-1} \cdot 0,005 \text{m}}{417 \text{ ms}^{-1}} = 1,02 \cdot 10^{-3} \text{ Pa},$$

$$P_{r\phi}(R_2) = \left(\frac{R_1}{R_2}\right)^2 P_{r\phi}(R_1) = \left(\frac{1}{2}\right)^2 \cdot 1,01 \cdot 10^{-3} \text{ Pa} = 2,54 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}.$$

(b) Der Gasverdünnungsparameter wird nach Gl. 66 berechnet:

$$\delta = \frac{0,005 \text{m} \cdot 15 \text{ Pa}}{17,5 \cdot 10^{-6} \text{ Pas} \cdot 417 \text{ m/s}} = 10,3$$

Somit ist $\delta \ll 1$ und Gl. 70 und 73 sind anzuwenden: Zunächst muss jedoch D (Gl. 71) berechnet werden:

$$D = \left\{ 1 - \left(\frac{1}{2}\right)^2 + 2 \frac{1,018}{10,3} \left[\left(\frac{1}{2}\right)^3 + 1 \right] \right\}^{-1} = 1,03,$$

$$v_\phi(R_1) = \omega R_1 \left[1 - \left(\frac{R_1}{R_2}\right)^2 \left(1 - 2 \frac{R_1}{R_2} \frac{\beta_p}{\delta} \right) \right] D$$

$$= 10^4 \text{s}^{-1} \cdot 0,005 \text{m} \left[1 - \left(\frac{1}{2}\right)^2 \left(1 - 2 \frac{1}{2} \frac{1,018}{10,3} \right) \right] \cdot 1,03 = 39,8 \text{ m/s},$$

$$v_\phi(R_2) = 2\omega \left(\frac{R_1}{R_2}\right)^2 \frac{\beta_p}{\delta} D = 2 \cdot 10^4 \text{s}^{-1} \cdot 0,005 \text{m} \cdot \left(\frac{1}{2}\right)^2 \frac{1,018}{10,3} \cdot 1,03 = 2,54 \text{ m/s},$$

$$P_{r\phi}(R_1) = 2\eta\omega D = 2 \cdot 17,5 \cdot 10^{-6} \text{ Pas} \cdot 10^4 \text{s}^{-1} \cdot 1,03 = 0,361 \text{ Pa},$$

$$P_{r\phi}(R_2) = \left(\frac{R_1}{R_2}\right)^2 P_{r\phi}(R_1) = \left(\frac{1}{2}\right)^2 \cdot 0,360 \text{ Pa} = 0,0901 \text{ Pa}.$$

Im Übergangsgebiet ($\delta \approx 1$) wird die kinetische Gl. 23 numerisch gelöst (siehe [28, 29]). Die Geschwindigkeitsprofile $v_\phi(\mathbf{r})$, die aus Rechnungen mit dem BGK-Modell unter der Annahme vollständiger diffuser Reflexion an der Wand erhalten wurden, sind in Abb. 8 für einige Werte des Gasverdünnungsparameters δ und $R_2 / R_1 = 2$ eingetragen. Für $\delta = 10$ kommt die numerische Lösung der analytischen Lösung der Schlupfströmung Gl. 70 sehr nahe. Das gleiche gilt für $\delta = 0,1$, wo die numerische Lösung mit der analytischen Lösung Gl. 68 im

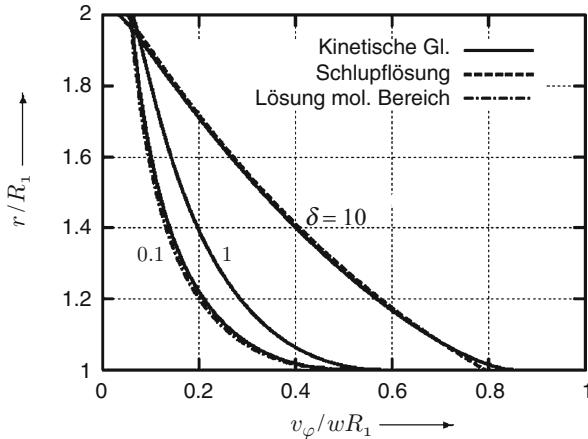
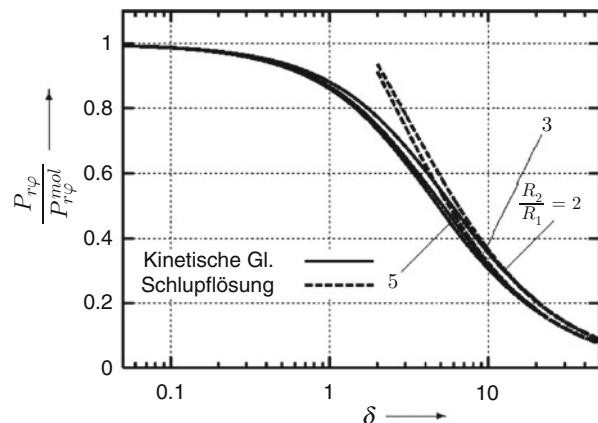


Abb. 8 Geschwindigkeitsprofile $v_\varphi(\mathbf{r})$ bei der zylindrischen Couette-Strömung bei $R_2 / R_1 = 2$

Abb. 9 Scherspannung $P_{r\varphi}$ bei der zylindrischen Couette-Strömung in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ und R_2 / R_1 : Durchgezogene Linie – numerische Lösung nach dem BGK-Modell, gestrichelt – Lösung der Schlupfströmung Gl. 73



molekularen Strömungsbereich praktisch übereinstimmt. Im Übergangsbereich dagegen ($\delta \approx 1$) kann die numerische Lösung weder durch die analytische Lösung der Schlupfströmung Gl. 70 noch durch die des molekularen Strömungsbereichs Gl. 68 ersetzt werden.

Die Scherspannung $P_{r\varphi}$ ist in Abb. 9 gezeigt, Zahlenwerte sind in Tab. 3 gegeben. Bei der zylindrischen Couette-Strömung nähert die Lösung für die Schlupfströmung nur zuverlässig bis herunter zu etwa $\delta = 5$. Der Unterschied der Scherspannung $P_{r\varphi}$ für $R_2 / R_1 = 3$ und $R_2 / R_1 = 5$ ist recht klein. In der Praxis können Verhältnisse $R_2 / R_1 > 5$ durch die Ergebnisse $R_2 / R_1 = 5$ genähert werden.

Es ist wichtig zu bemerken, dass im Übergangs- und molekularen Strömungsbereich das Verhältnis von Scherspannung zu Strömungsgeschwindigkeit, wie in den Gl. 30 und 72 beschrieben, nicht gültig ist.

4.3 Wärmetransport zwischen zwei Platten

Wir betrachten wiederum zwei parallele Platten bei $x = 0$ und $x = d$. Die obere Platte werde auf der Temperatur T_0 gehalten, die untere habe eine um den Betrag ΔT niedrigere Temperatur (Abb. 10). Um die linearisierte kinetische Gleichung anwenden zu können, muss $\Delta T \ll T_0$ angenommen werden. Die Größe $\xi = \Delta T / T_0$ wird als kleiner Parameter benutzt. Der Plattenabstand d wird als charakteristische Größe verwendet, so dass sich der Gasverdünnungsparameter wie Gl. 60 schreibt. Im Folgenden berechnen wir den Wärmestrom q_x und die Temperaturverteilung $T(x)$ zwischen den Platten für den kompletten Bereich des Gasverdünnungsparameters. Wegen des Energieerhaltungsgesetzes hängt der Wärmestrom q_x nicht von der Koordinate x ab.

Im molekularen Strömungsbereich ($\delta \rightarrow 0$) kann die kinetische Gl. 23 analytisch gelöst werden (siehe [5]). Bei diffuser Wandreflexion erhalten wir

$$q_x^{\text{mol}} = \frac{pc_w}{\sqrt{\pi}} \frac{\Delta T}{T_0}, \quad T = T_0 + \frac{1}{2} \Delta T, \quad \text{für } \delta \rightarrow 0. \quad (75)$$

Das heißt, die Temperatur ist im Zwischenraum konstant und gleich der mittleren Temperatur der beiden Platten.

Im viskosen Strömungsbereich ($\delta \gg 1$) wird die Fouriergleichung mit der Randbedingung für den Temperatursprung Gl. 58 gelöst. Für den ebenen Wärmetransport schreibt sich die Bedingung

$$T - T_0 = \begin{cases} -\zeta_T \ell \frac{dT}{dx} & \text{bei } x = d \\ \Delta T + \zeta_T \ell \frac{dT}{dx} & \text{bei } x = 0 \end{cases} \quad (76)$$

Die Temperaturverteilung wird erhalten zu

$$T(x) = T_0 + \Delta T \left[1 - \left(\frac{x}{d} + \frac{T}{\delta} \right) \left(1 + \frac{2T}{\delta} \right)^{-1} \right], \quad \text{für } \delta \gg 1. \quad (77)$$

Abb. 10 Geometrie zum Wärmetransport zwischen zwei parallelen Platten

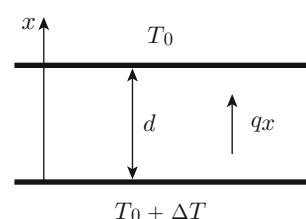
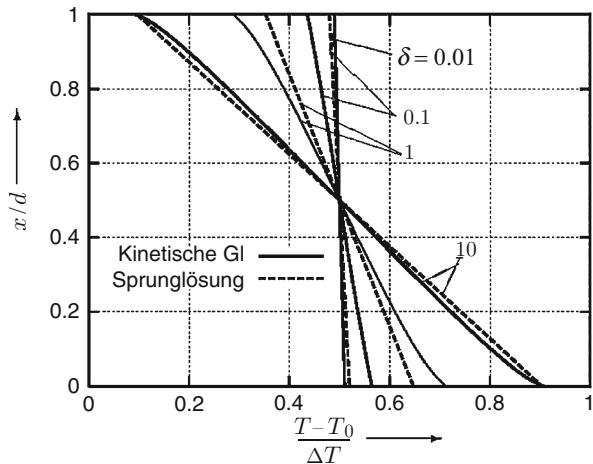


Abb. 11 Das Temperaturprofil zwischen zwei Platten unterschiedlicher Temperatur bei verschiedenen Werten des Gasverdünnungsparameters δ



Der Wärmestrom wird aus Gl. 34 berechnet zu

$$q_x = \lambda \frac{\Delta T}{d} \left(1 + \frac{2_T}{\delta} \right)^{-1} = q_x^{\text{mol}} \frac{15\sqrt{\pi}}{8\delta} \left(1 + \frac{2_T}{\delta} \right)^{-1}, \text{ für } \delta \gg 1 \quad (78)$$

Es wird deutlich, dass der Wärmestrom abnimmt, wenn die Temperatursprungbedingung angewendet wird.

Im Übergangsbereich ($\delta \approx 1$) wird die kinetische Gl. 23 wiederum numerisch gelöst (siehe [30–32]). Das Temperaturprofil, welches mit dem S-Modell bei vollständiger Akkommmodation erhalten wurde, ist im Abb. 11 gezeichnet. Bei $\delta = 10$ sind die Lösung der kinetischen Gleichung und die analytische Lösung (Gl. 77) des Fouriergesetzes mit der Sprungbedingung sehr eng zusammen. Für kleine δ liefert die Temperatursprunglösung Gl. 77 die nahezu gleichen Werte wie die Lösung für den molekularen Strömungsbereich Gl. 75. Die numerische Lösung bei $\delta = 0,01$ liefert praktisch dieselben Werte. Im Übergangsgebiet $\delta = 1$ und darüber hinaus zu kleineren δ liefert die Sprunglösung keine brauchbaren Ergebnisse.

Der Wärmestrom ist in Abb. 12 gezeigt, Tab. 4 liefert die zugehörigen als Funktion des Gasverdünnungsparameter δ . Wie bei der ebenen Couette-Strömung nähert die analytische Lösung mit der Temperatursprungbedingung Gl. 78 die numerisch exakten gut bis ins Übergangsgebiet $\delta = 1$. Im Folgenden werden wir sehen, dass dies für eine Zylindergeometrie nur in einem kleineren Bereich der Fall ist.

4.4 Wärmestrom zwischen zwei koaxialen Zylindern

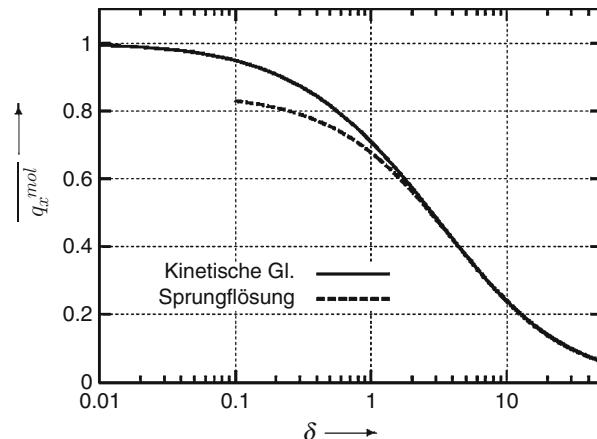
Man betrachte zwei koaxiale Zylinder mit den Radien R_1 und R_2 wie in Abb. 13 gezeigt. Der äußere Zylinder werde auf der Temperatur T_0 gehalten, die innere habe

eine um den Betrag ΔT andere Temperatur. Wie zuvor wird die Größe $\xi = \Delta T / T_0$ als kleiner Parameter zur Linearisierung der kinetischen Gleichung benutzt.

Der innere Zylinderradius R_1 wird als charakteristische Größe angenommen, so dass sich der Gasverdünnungsparameter wie bei Gl. 66 ergibt. Die interessierenden Größen sind die Temperaturverteilung $T(\mathbf{r})$ und der radiale Wärmestrom q_r , welcher vom Gasverdünnungsparameter δ und vom Verhältnis der Radien R_2 / R_1 abhängt. Wegen des Energieerhaltungssatzes muss die Größe $q_r r$ im Zwischenraum der Zylinder wiederum konstant sein.

Im molekularen Strömungsbereich ($\delta \rightarrow 0$) werden $T(\mathbf{r})$ und q_r analytisch berechnet zu

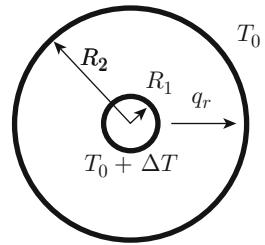
Abb. 12 Der Wärmestrom q_x zwischen zwei Platten unterschiedlicher Temperatur in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ . Durchgezogene Linie – numerische Lösung mit dem S-Modell, gestrichelte Linie – analytische Lösung mit Sprungbedingung Gl. 78



Tab. 4 Normierter Wärmefluss zwischen zwei Platten und zwei koaxialen Zylindern in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ ([32, 33]). Die Werte sind normiert auf den Wert für $\delta = 0$ im molekularen Strömungsbereich (Gl. 75 und 80)

δ	q_x/q_x^{mol} , eben	q_x/q_x^{mol} , zylindrisch					
		$R_2/R_1 = 2$	5	10	20	65	
0,01	0,9939	0,9982	0,9965	0,9954	0,9942	0,9920	
0,1	0,9485	0,9818	0,9653	0,9532	0,9410	0,9190	
1,0	0,7092	0,8393	0,7191	0,6429	0,5753	0,4823	
2,0	0,5736	0,7219	0,5493	0,4576	0,3885	0,3065	
5,0	0,3740	0,5050	0,3121	0,2387	0,1921	0,1437	
10,0	0,2390	0,3334	0,1788	0,1313	0,1034	0,0758	
20,0	0,1390	0,1973	0,0960	0,0688	0,0536	0,0389	

Abb. 13 Geometrie für den Wärmestrom zwischen zwei koaxialen Zylindern



$$T(r) = T_0 + \frac{\Delta T}{\pi} \arcsin\left(\frac{R_1}{r}\right), \quad \text{für } \delta \rightarrow 0 \quad (79)$$

$$q_r^{\text{mol}}(r) = \frac{pc_w}{\sqrt{\pi}} \frac{R_1}{r} \frac{\Delta T}{T_0}, \quad \text{für } \delta \rightarrow 0 \quad (80)$$

Wie bei Gl. 67 und 68 hängen auch hier die Lösungen nicht vom Radius R_2 des äußeren Zylinders ab. Am Ort des inneren Zylinders $r = R_1$ geht der Ausdruck für den radialen Wärmestrom in den für den ebenen (Gl. 75) über.

Im viskosen Strömungsbereich wird das Fouriergesetz mit der Randbedingung des Temperatursprungs Gl. 58 berechnet, welche für den zylindrischen Wärmestrom sehr ähnlich dem für den ebenen Wärmestrom ist:

$$T - T_0 = \begin{cases} -\zeta_T \ell \frac{dT}{dr}, & \text{bei } r = R_2 \\ \Delta T + \zeta_T \ell \frac{dT}{dr}, & \text{bei } r = R_1 \end{cases}. \quad (81)$$

Daraus erhalten wir das Temperaturprofil zu:

$$T(r) = T_0 + \Delta T \left[1 - \left(\ln \frac{r}{R_1} + \frac{T}{\delta} \right) B \right], \quad \text{für } \delta \gg 1 \quad (82)$$

$$B = \left[\ln \frac{R_2}{R_1} + \frac{\zeta_T}{\delta} \left(1 + \frac{R_1}{R_2} \right) \right]^{-1}. \quad (83)$$

Der Wärmestrom wird aus Gl. 34 berechnet,

$$q_r = \lambda \frac{\Delta T}{R_1} B = q_r^{\text{mol}} \frac{15\sqrt{\pi}}{8\delta} B, \quad \text{für } \delta \gg 1 \quad (84)$$

Wenn der äußere Zylinder wesentlich größer als der innere ist, d. h. $R_2 \gg R_1$, wird $B \approx [\ln R_2/R_1]^{-1}$. Das bedeutet, dass der Einfluss des äußeren Zylinders nicht verschwindet, wie man es vielleicht erwarten könnte. Da sowohl q_r^{mol} (Gl. 80) als auch δ (Gl. 2) proportional zu p sind, wird q_r im viskosen Strömungsgebiet druckunabhängig.

Beispiel 3

Helium befindet sich zwischen zwei koaxialen Zylindern wie in Abb. 13 gezeigt. Berechne den radialen Wärmetransport q_r vom inneren Zylinder unter folgenden Bedingungen: $R_1 = 0,1$ mm, $R_2 = 100 R_1$, $T_0 = 293$ K, $\Delta T = 5$ K. Man betrachte 2 Druckwerte (a) $p = 3$ Pa und (b) $p = 3000$ Pa.

Es ist $M = 0,004$ kg/mol, $\eta = 19,7 \cdot 10^{-6}$ Pa s, $\lambda = 0,154$ W m⁻¹ K⁻¹ (siehe Tab. 2 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“), $\zeta_T = 1,175$. Mit Gl. 42 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ wird die wahrscheinlichste Geschwindigkeit berechnet:

$$c_w = \sqrt{\frac{2 \cdot 8,31 \text{ Jmol}^{-1}\text{K}^{-1} \cdot 293\text{K}}{0,004\text{kg mol}^{-1}}} = 1103 \text{ m/s}$$

(a) Der Gasverdünnungsparameter wird nach Gl. 66 berechnet:

$$\delta = \frac{0,0001 \text{ m} \cdot 3 \text{ Pa}}{19,7 \cdot 10^{-6} \text{ Pas} \cdot 1103 \text{ m/s}} = 0,0138$$

Somit ist $\delta \ll 1$ und Gl. 80 anzuwenden:

$$q_r = \frac{pc_w}{\sqrt{\pi}} \frac{\Delta T}{T_0} = \frac{3 \text{ Pa} \cdot 1103 \text{ ms}^{-1}}{1,77} \frac{5 \text{ K}}{293 \text{ K}} = 31,9 \text{ Wm}^{-2}.$$

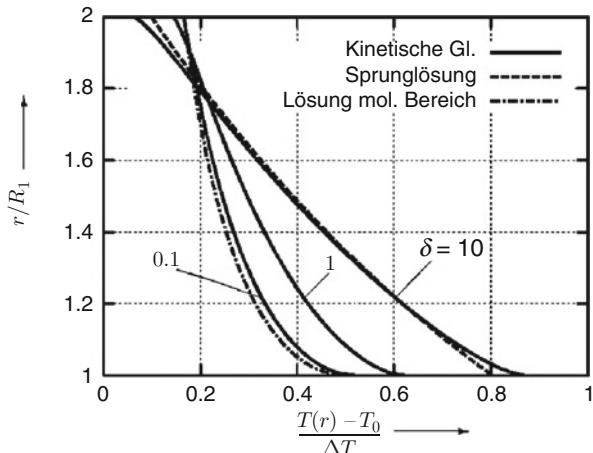
(b) Der Gasverdünnungsparameter wird nach Gl. 66 zu $\delta = 13,8$ berechnet. Gl. 84 mit Gl. 83 muss somit benutzt werden:

$$B = \left[\ln 100 + \frac{1,175}{13,8} \cdot 101 \right]^{-1} = 0,213,$$

$$q_r = 0,154 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1} \frac{5 \text{ K}}{10^{-4} \text{ m}} \cdot 0,213 = 1,64 \cdot 10^3 \text{ Wm}^{-2}.$$

Im Übergangsbereich ($\delta \approx 1$) wird die kinetische Gl. 23 numerisch gelöst. Die Temperaturverteilung, die aus Rechnungen mit dem S-Modell unter der Annahme vollständiger Akkommmodation [33] an der Wand erhalten wurden, sind in Abb. 14 für einige Werte des Gasverdünnungsparameters δ und $R_2/R_1 = 2$ eingetragen. Für $\delta = 10$ kommt die numerische Lösung der analytischen Lösung mit der Temperatursprungbedingung Gl. 82 sehr nahe.

Abb. 14 Das Temperaturprofil zwischen zwei koaxialen Zylindern unterschiedlicher Temperatur mit dem Radiusverhältnis $R_2/R_1 = 2$



Für $\delta = 0,1$ ist das Profil der analytischen Lösung Gl. 79 im molekularen Strömungsbereich nahe, im Übergangsbereich dagegen ($\delta \approx 1$) unterscheidet sich die numerische Lösung sowohl von der analytischen Lösung für das molekulare Strömungsgebiet als auch von der mit der Sprungbedingung.

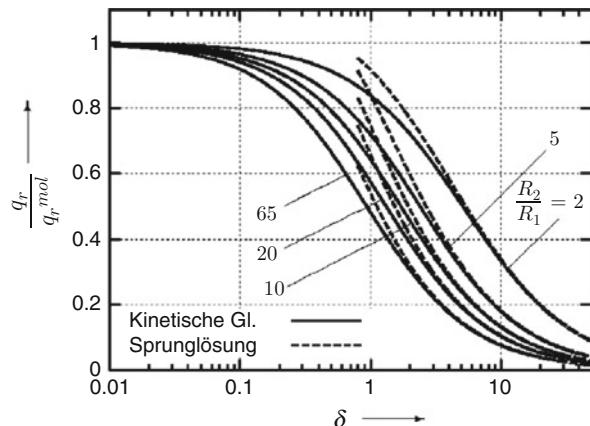
Der radiale Wärmestrom q_r ist in Abb. 15 und Tab. 4 gezeigt. In diesem Fall ist die Lösung mit der Temperatursprungbedingung keine gute Näherung im Übergangsbereich. Nur für $\delta > 5$ funktioniert dieses Verfahren mit gutem Ergebnis. Im Gegensatz zur Couette-Strömung für koaxiale Zylinder ist die Abhängigkeit des radalen Wärmestroms q_r vom Radiusverhältnis R_2/R_1 stark ausgeprägt. In [33] wurde folgendes asymptotisches Verhalten für $\delta \cdot (R_2/R_1) \gg 1$ gefunden:

$$q_r = \lambda \frac{\Delta T}{R_1} \left[Q(\delta) + \ln\left(\frac{R_2}{R_1}\right) \right]^{-1}, \text{ für } \delta \frac{R_2}{R_1} \gg 1 \quad (85)$$

wobei die Funktion $Q(\delta)$ numerisch berechnet wurde und in Tab. 5 einige Werte gezeigt sind. Vergleicht man Gl. 85 mit Gl. 83 und 84 erhält man das Verhalten von $Q(\delta)$ für $\delta \rightarrow \infty$, nämlich $Q(\delta) \rightarrow \zeta_T/\delta$.

Abb. 16 zeigt einen Vergleich der Ergebnisse der numerischen Rechnungen mit Hilfe des CL-Streukerns Gl. 47 mit experimentellen Daten [15]. Daraus ist zu schließen, dass schwere Gase wie Argon, Krypton und Xenon diffus mit der Wand wechselwirken ($\sigma_t = 1, a_n = 1$), während leichte Gase wie Helium und Neon deutliche Abweichungen von einer kompletten Akkommodation zeigen. Die entsprechenden Werte für die Akkommodationskoeffizienten σ_t und $a_n = 1$ wurden in Tab. 2 gegeben.

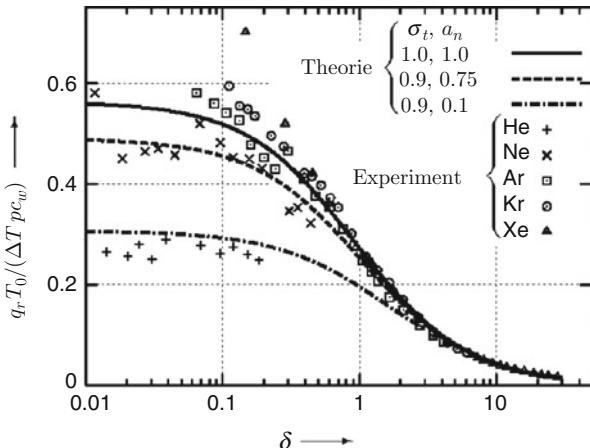
Abb. 15 Wärmestrom q_r zwischen zwei koaxialen Zylindern in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsfaktor δ und dem Radiusverhältnis R_2/R_1 : Durchgezogene Linie – numerische Lösung mit dem S-Modell [33], gestrichelte Linie – Lösung mit dem Temperatursprung Gl. 84



Tab. 5 Numerische Werte der Funktion $Q(\delta)$ in Gl. 85

δ	1	2	5	10	20
Q	2,72	1,25	0,450	0,212	0,0986

Abb. 16 Wärmestrom q_r zwischen zwei Zylindern in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ und für $R_2/R_1 = 65$: Kurven – theoretische Ergebnisse [33] basierend auf dem S-Modell und dem CL-Streukern Gl. 47; Symbole – experimentelle Ergebnisse [15]



Literatur

1. Bird, G.A.: Molecular Gas Dynamics and the Direct simulation of Gas Flows. Oxford University Press, Oxford (1994)
2. Cercignani, C.: The Boltzmann Equation and its Application. Springer Verlag, New York (1988)
3. Chapman, S., Cowling, T.G.: The Mathematical Theory of non-uniform Gases. University Press, Cambridge (1952)

4. Ferzinger, J.H., Kaper, H.G.: Mathematical Theory of Transport Processes. North Holland Publishing Company, Amsterdam (1972)
5. Kogan, M.N.: Rarefied Gas Dynamics. Plenum, New York (1969)
6. Sharipov, F., Sleznev, V.: Data on internal rarefied gas flows. *J. Phys. Chem. Ref. Data* **27**, 657–706 (1998)
7. Sone, Y.: Kinetic Theory and Fluid Mechanics. Birkhäuser, Boston (2002)
8. Pekeris, C.L., Alterman, Z.: Solution of the Boltzmann-Hilbert integral equation. II. The coefficients of viscosity and thermal heat conduction. *Proc. Natl. Acad. Sci.* **43**, 998–1007 (1957)
9. Bhatangar, P.L., Gross, E.P., Krook, M.A.: A model for collision processes in gases. *Phy. Rev.* **94**, 511–525 (1955)
10. Welander, P.: On the temperature jump of a rarefied gas. *Arkiv Fys.* **7**, 507–553 (1954)
11. Shakov, E.M.: Generalization of the Krook kinetic equation. *Fluid Dyn.* **3**, 142–145 (1968)
12. Sazhin, O.V., Borisov, S.F., Sharipov, F.: Accommodation coefficient of tangential momentum on atomically clean and contaminated surfaces. *J. Vac. Sci. Techn. A* **19**, 2499–2503 (2001), erratum: **20**(3), 957 (2002)
13. Cercignani, C., Lampis, M.: Kinetic model for gas surface interaction. *Tranp. Theory Stat. Phys.* **1**, 101–114 (1971)
14. Porodnov, B.T., Suetin, P.E., Borisov, S.F., Akinshin, V.D.: Experimental investigation of rarefied gas flow in different channels. *J. Fluid Mech.* **64**, 417–437 (1974)
15. Semyonov, Z.G., Borisov, S.F., Suetin, P.E.: Investigation of heat transfer in rarefied gases over a wide range of Knudsen numbers. *Int. J. Heat Mass Transf.* **27**, 1789–1799 (1984)
16. Valougeorgis, D., Naris, S.: Acceleration schemes of the discrete velocity method: Gaseous flow in rectangular microchannels. *Siam J. Sci. Comp.* **25**, 534–552 (2003)
17. Sharipov, F.M., Subbotin, E.A.: An optimisation of the discrete velocity method used in rarefied gas dynamics. *Z. Angew. Math. Phys. (ZAMP)* **44**, 572–77 (1993)
18. Albertoni, S., Cercignani, C., Gotusso, G.: Numerical evaluation of the slip coefficient. *Phys. Fluids* **6**, 993–996 (1963)
19. Ohwada, T., Sone, Y., Aoki, K.: Numerical analysis of the shear and thermal creep flows of a rarefied gas over a plane wall o the basis of the linearized Boltzmann equation for hard-sphere moelcules. *Phys. Fluids A* **1**, 1588–599 (1989)
20. Sharipov, F.: Application of the Cercignani-Lampis scattering kernel to calculations of rarefied gas flows. II. Slip and jump coefficients. *Eur. J. Mech. B/Fluids* **22**, 133–43 (2003)
21. Sharipov, F., Kalempa, D.: Velocity slip and temperature jump coefficients for gaseous mixtures I. Viscous slip coefficient. *Phys. Fluids A* **15**, 1800–806 (2003)
22. Loyalka, S.K.: Temperature jump and thermal creep slip: Rigid sphere gas. *Phys. Fluids* **15**, 403–408 (1989)
23. Sharipov, F., Kalempa, D.: Velocity slip and temperature jump coefficients for gaseous mixtures I. Thermal slip coefficient. *Phys. Fluids A* **16**, 759–764 (2004)
24. Sharipov, F., Kalempa, D.: Velocity slip and temperature jump coefficients for gaseous mixtures IV. Temperature jump coefficient. *Int. J. Heat Mass Transf.* **48**, 1076–1083 (2005)
25. Cercignani, C., Pagnani, C.D.: Variational approach to boundary value problems in kinetic theory. *Phys. Fluids* **9**, 1167–1173 (1966)
26. Sharipov, F., Cumin, L.M.G., Kalempa, D.: Plane Couette flow of binary mixture in the whole range of Knudsen numbers. *Eur. J. Mech B/Fluids* **23**, 899–906 (2004)
27. Stone, Y., Takata, S., Ohwada, T.: Numerical analysis of the plane Couette flow of a rarefied gas on the basis of the linearized Boltzmann equation for hard sphere molecules. *Eur. J. Mech B/Fluids* **9**, 273–288 (1990)
28. Cercignani, C., Sernagiotto, F.: Cylindrical Poiseuille flow of a rarefied gas. *Phys. Fluids* **9**, 40–44 (1966)
29. Sharipov, F., Kremer, G.M.: Linear Couette flow between two rotating cylinders. *Eur. J. Mech B/Fluids* **15**, 493–505 (1996)

30. Bassanini, P., Cergignani, C., Pagani, C.: Influence of the accommodation coefficient on the heat transfer in a rarefied gas. *Int. J. Heat Mass Tansf.* **11**, 1359–1369 (1968)
31. Valougeorgis, D., Thomas, J.R.: The F_N - method in kinetic theory: II. Heat transfer between parallel plates. *J. Vac. Sci. Technol. A* **3**, 1742–1745 (1985)
32. Sharipov, F., Cumin, L.M.G., Kalempa, D.: Heat flux through a binary gaseous mixture over the whole range of the Knudsen number. *Physica A* **378**, 183–193 (2007)
33. Sharipov, F., Bertoldo, G.: Heat Transfer through a rarefied gas confined between two coaxial cylinders with high radius ratio. *J. Vac. Sci. Technol. A* **24**, 2087–2093 (2006)



Strömung von Gasen durch Rohre und Blenden

10

Karl Jousten und Felix Sharipov

Zusammenfassung

Ausgehend von der Boltzmann-Gleichung werden die Gasströmungen durch Blenden und lange Rohre kreisförmigen und rechteckigen Querschnitts über den gesamten Druckbereich der Vakuumtechnik berechnet. Auch das Übergangsgebiet zwischen molekulärer und viskoser Strömung, darunter auch die sogenannte Schlupfströmung, wird für diese Anwendungsfälle behandelt. Die Ergebnisse können dimensionslos durch den sogenannten Poiseuille-Koeffizienten oder die reduzierte Flussrate wiedergegeben werden, wenn der Druck die antreibende Kraft des Gasstroms ist.

1 Gasströme durch lange Rohre

Gasströme durch Rohre müssen in der Vakuumtechnik oft behandelt werden. Dieser Abschnitt behandelt die analytischen und numerischen Daten der Strömungsfelder und Massenstromraten für verschiedene Rohrquerschnitte über den ganzen Bereich des Gasverdünnungsparameters und verschiedene Bedingungen an den Rohrenden.

1.1 Begriffe

Wir betrachten zunächst zwei Typen von langen Rohrleitungen mit verschiedenen Querschnitten, (i) einem rechteckigen Querschnitt mit Höhe a und Breite b wie in

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

F. Sharipov

Departamento de Física, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brasilien

E-Mail: sharipov@fisica.ufpr.br

Abb. 1 und (ii) einem kreisförmigen Querschnitt mit dem Radius a wie in Abb. 2. In beiden Fällen wird a als charakteristische Größe verwendet, so dass der Gasverdünnungsparameter beim lokalen Druck p gegeben ist durch

$$\delta = \frac{ap}{\eta c_W}. \quad (1)$$

Der Begriff „Leitung“ wird im Folgenden als Oberbegriff für alle Arten von Querschnitten verwendet. Eine Leitung mit rechteckigem Querschnitt wird Kanal, eine mit kreisförmigen Querschnitt Rohr genannt.

Die Leitungslänge L sei immer wesentlich größer als die charakteristischen Größen des Querschnitts: $L \gg a, b$. Durch diese Annahme können Ein- und Ausströmeffekte an den Enden vernachlässigt werden und es genügt, die x -Komponente der Strömungsgeschwindigkeit zu betrachten.

Ein verdünntes Gas kann nur dann durch eine Leitung fließen, wenn es einen Druck- oder Temperaturgradienten in Längsrichtung gibt. Diese werden mit

$$\xi_p = \frac{a}{p} \frac{dp}{dx} \quad \text{und} \quad \xi_T = \frac{a}{T} \frac{dT}{dx} \quad (2)$$

definiert. Die Gradienten seien klein, so dass der Massenstrom linear von ihnen abhängt, d. h.

$$\dot{m} = \frac{Ap}{c_W} (-G_p \xi_p + G_T \xi_T), \quad (3)$$

wenn A die Querschnittsflächen

$$A^{\text{Kan}} = ab, \quad A^{\text{Rohr}} = \pi a^2 \quad (4)$$

von Kanal und Rohr bezeichnet. Die oberen Indizes bedeuten, dass sich die Größe auf einen Kanal oder ein Rohr bezieht. Wird der obere Index weggelassen, bezieht sich die Größe auf Kanal und Rohr. Der dimensionslose Poiseuille-Koeffizient G_p

Abb. 1 Geometrie und Bezeichnungen durch einen Kanal rechteckigen Querschnitts

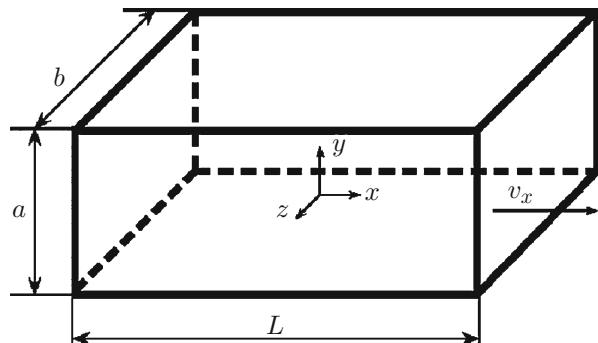
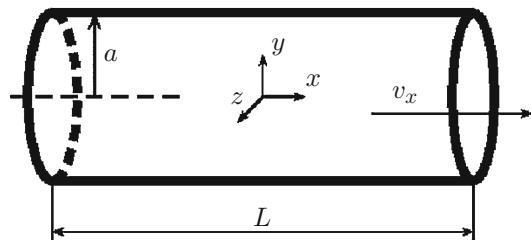


Abb. 2 Geometrie und Bezeichnungen durch ein Rohr runden Querschnitts



beschreibt einen von einem Druckgradienten verursachten Fluss. Er wird auch „reduzierte Flussrate“ genannt. Ein Temperaturgradient kann ebenfalls einen Gasfluss bewirken. Bei homogenem Druck in der Leitung ($\xi_p=0$) wird das Gas von der kalten in die warme Region strömen. Dieses Phänomen wird thermisches Kriechen genannt und G_T der dimensionslose thermische Kriechkoeffizient. G_p und G_T sind so definiert, dass sie immer positiv sind. Sie werden aus der linearisierten kinetischen Gl. 23 in ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“ unter Benutzung der kleinen Parameter ξ_p und ξ_T berechnet. Die Rechnungen dazu sind in [1] beschrieben. Im Folgenden werden einige Werte für G_p und G_T empfohlen.

1.2 Molekularer Strömungsbereich

Im molekularen Strömungsbereich ($\delta \rightarrow 0$) wird die kinetische Gl. 23 in ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“ analytisch integriert; anschließend wird die Störfunktion in Gl. 26 in ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“ eingesetzt, um das Geschwindigkeitsprofil zu berechnen. Dieses ist für einen Kanal gegeben durch

$$v_x(y, z) = \frac{c_w}{8\sqrt{\pi}} \left(-\xi_p + \frac{1}{2}\xi_T \right) \sum_{i=1}^2 \sum_{j=1}^2 \left(\zeta_j \ln \frac{C_{ij} + \eta_i}{C_{ij} - \eta_i} + \eta_i \ln \frac{C_{ij} + \zeta_j}{C_{ij} - \zeta_j} \right) \quad (5)$$

wobei

$$\eta_i = \frac{1}{2} + (-1)^i \frac{y}{a}, \quad \zeta_j = \frac{b}{2a} + (-1)^j \frac{z}{a}, \quad C_{ij} = \sqrt{\eta_i^2 + \zeta_j^2}. \quad (6)$$

Das Geschwindigkeitsprofil für ein Rohr ist

$$v_x(r) = \frac{c_w}{\sqrt{\pi}} \left(-\xi_p + \frac{1}{2}\xi_T \right) \int_0^{\pi/2} \sqrt{1 - (r \sin \varphi)^2} d\varphi. \quad (7)$$

Integriert man die Geschwindigkeitsprofile über die Querschnitte, erhält man die Koeffizienten G_p und G_T . Der Poiseuille-Koeffizient G_p^{Kan} für eine Kanalströmung ist gegeben durch das folgende Integral

$$G_p^{\text{Kan}} = \frac{1}{\sqrt{\pi}} \frac{1}{ab} \int_{-b/2}^{b/2} \int_{-a/2}^{a/2} \left[\zeta_1 \ln \frac{C_{11} + \eta_1}{C_{11} - \eta_1} + \eta_1 \ln \frac{C_{11} + \zeta_1}{C_{11} - \zeta_1} \right] dy dz. \quad (8)$$

Mit dieser Gleichung erhaltene Werte für G_p^{Kan} sind der Tab. 1 für einige Werte des Aspektverhältnisses b/a zu entnehmen. Wenn der Kanal sehr breit ist, d. h. $b \gg a$, dann vereinfacht sich Gl. 8 zu

$$G_p^{\text{Kan}} = \frac{1}{\sqrt{\pi}} \left(\ln \frac{2b}{a} + \frac{1}{2} \right), \text{ für } b \gg a \quad (9)$$

Im Falle eines Rohres ist der Poiseuille-Koeffizient einfach

$$G_p^{\text{Rohr}} = \frac{8}{3\sqrt{\pi}}. \quad (10)$$

Für jede Art von Leitung ist der thermische Kriechkoeffizient G_T die Hälfte von

$$G_T = \frac{G_p}{2}. \quad (11)$$

1.3 Schlupfströmung

Für diesen Fall ($\delta \gg 1$) wird die Navier–Stokes Gleichung mit den Randbedingungen Gl. 9.53 (► Abschn. 3.1 in Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“) und 9.56 (► Abschn. 3.2 in Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“) für den Geschwindigkeitsschlupf gelöst, um G_p und G_T zu erhalten. Für einen Kanal erhält man das Geschwindigkeitsprofil

$$\begin{aligned} v_x(y, z) = & -\frac{ap}{2\mu} \left[\frac{1}{4} - \left(\frac{y}{a}\right)^2 - 8 \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{n^3} \frac{\cosh(nz/a)\cosh(ny/a)}{\cosh(nb/2a)} + \frac{\beta_p}{\delta} s(y, z) \right] \xi_p \\ & + \frac{c_w \beta_T}{2\delta} \xi_T \end{aligned} \quad (12)$$

wobei $n=(2i+1)\pi$. Die Funktion $s(y, z)$ wird numerisch aus den Randbedingungen für die Schlupfströmung berechnet. Für einen breiten Kanal ($b \gg a$) vereinfacht sich das Geschwindigkeitsprofil zu

Tab. 1 Koeffizienten G_p^{Kan} ($\delta = 0$), H und S in Abhängigkeit vom Aspektverhältnis b/a

$b/a =$	1	2	5	10	50	100	∞
$G_p^{\text{Kan}} (\delta = 0)$	0,839	1,152	1,618	1,991	2,884	3,273	∞
H	0,422	0,686	0,874	0,937	0,989	0,994	1
S	0,562	0,749	0,899	0,949	0,990	0,994	1

$$v_x(y) = -\frac{ap}{2\mu} \left[\frac{1}{4} - \left(\frac{y}{a} \right)^2 + \frac{\beta_p}{\delta} \right] \xi_p + \frac{c_w \beta_T}{2\delta} \xi_T. \quad (13)$$

Für ein Rohr ergibt sich ebenfalls ein einfaches Profil

$$v_x(r) = -\frac{ap}{2\mu} \left[\frac{1}{4} - \left(\frac{r}{a} \right)^2 + \frac{\beta_p}{\delta} \right] \xi_p + \frac{c_w \beta_T}{2\delta} \xi_T. \quad (14)$$

Die Integration der Geschwindigkeitsprofile über die jeweiligen Querschnitte der Leitungen liefert die Koeffizienten G_p und G_T . Der Poiseuille-Koeffizient für einen Kanal ist

$$G_p^{\text{Kan}} = \frac{\delta}{6} H + \beta_p S, \quad (15)$$

wenn

$$H = 1 - \frac{192}{\pi^5} \frac{a}{b} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{\tanh \left[\left(i + \frac{1}{2} \right) \pi \frac{b}{a} \right]}{(2i+1)^5}. \quad (16)$$

S wurde numerisch in [2] berechnet. Werte für H und S sind in Tab. 1 gelistet. Für einen breiten Kanal reduziert sich Gl. 15 auf

$$\lim_{b/a \rightarrow \infty} G_p^{\text{Kan}} = \frac{\delta}{6} + \beta_p. \quad (17)$$

Für eine Rohrströmung erhält man den Poiseuille-Koeffizienten zu

$$G_p^{\text{Rohr}} = \frac{\delta}{4} + \beta_p. \quad (18)$$

Der thermische Kriechkoeffizient G_T nimmt für eine Leitung beliebigen Querschnitts die Form

$$G_T = \frac{\beta_T}{\delta} \quad (19)$$

an. Die Gl. 15, 18 und 19 sind für alle Arten von Schlupfkoeffizienten β_p und β_T einschließlich derer für nicht-diffuse Gas-Wandwechselwirkungen ([3]) und für Gasmischungen ([4, 5]) gültig.

1.4 Strömung im Übergangsgebiet

In diesem Bereich ($\delta \approx 1$) wird die kinetische Gleichung in der linearisierten Form, Gl. 23 in ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“, mit ξ_p und ξ_T als kleinen Parametern angewendet, um die

Geschwindigkeitsprofile und die Koeffizienten G_p und G_T zu erhalten. Details zu diesen Rechnungen sind in [1] und [6–8] zu finden.

Die durchgezogenen Linien in Abb. 3 zeigen das Geschwindigkeitsprofil $v_x(y)$ für den Fluss durch einen breiten Kanal ($b \gg a$) infolge des Druckgradienten ξ_p . Bei einem hohen Gasverdünnungsparameter ($\delta=10$) ist die numerische Lösung sehr nahe an der Schlupflösung Gl. 14, gezeigt durch die gestrichelte Linie. Bei kleineren Gasverdünnungsparametern wird das Profil flacher, während gleichzeitig die Strömungsgeschwindigkeit ansteigt. Ein ähnliches Verhalten ist auch für das Geschwindigkeitprofil $v_x(r)$ in einem Rohr zu beobachten (Abb. 4). Allerdings ändert sich beim Rohr die Strömungsgeschwindigkeit bei kleinen Gasverdünnungsparametern ($\delta < 1$) praktisch nicht mehr und ist nahezu gleich der Lösung für den molekularen Strömungsbereich (Gl. 7).

Die Abb. 5 und 6 zeigen die Geschwindigkeitsprofile infolge eines Temperaturgradienten ξ_T für einen Kanal und ein Rohr. Beide Profile sind sich recht ähnlich: Sie sind relativ flach und ihr Betrag wird geringer mit größer werdendem Gasverdünnungsparameter. In beiden Fällen ist für $\delta=10$ die numerische Lösung für den Wert der Geschwindigkeit in der Mitte ($y, r = 0$) sehr nahe an der Lösung mit den Schlupfbedingungen Gl. 13 und 14, während sie am Rand deutlich abweicht.

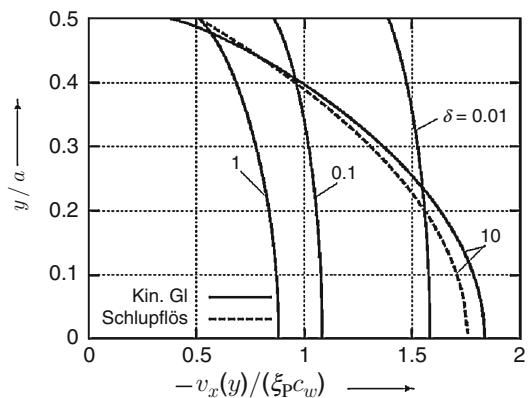
Der mit dem linearisierten BGK-Modell berechnete [9] Poiseuille-Koeffizient G_p^{Kan} für eine Kanalströmung ist in Abb. 7 und in Tab. 2 gezeigt. Unabhängig vom Aspektverhältnis b/a hat G_p^{Kan} sein Minimum, genannt Knudsenminimum, bei $\delta \approx 1$. Für einen quadratischen Kanal, $b/a=1$, ist das Minimum relativ schwach ausgeprägt, für größere Aspektverhältnisse, $b/a \geq 10$, ist das Knudsenminimum sehr tief. Die physikalische Ursache für dieses Minimum ist, dass im molekularen Strömungsbereich ($\delta \rightarrow 0$) sehr viele Teilchen parallel zu den Kanalwänden fliegen, ohne mit diesen zu stoßen. Diese Teilchen tragen wesentlich zum Massenstrom bei. Sobald jedoch intermolekulare Stöße bei höheren δ auftreten, werden bevorzugt die besonders langen Flugbahnen durch Stöße unterbrochen und diese Art von Teilchen kann weniger zum Massenstrom beitragen [10]. Wenn dann zwischenmolekulare Stöße sehr häufig werden ($\delta > 1$), „ziehen“ die Teilchen sich gegenseitig und die Massenflussrate steigt wieder mit dem Gasverdünnungsparameter an. Im Übergangsbereich hat die Flussrate ihr Minimum, weil der Streueffekt schon signifikant, der „Zieheffekt“ aber noch nicht stark genug ist.

Die Schlupflösung Gl. 15, in Abb. 7 durch gestrichelte Linien gezeigt, gibt gute Ergebnisse für $\delta \geq 10$. Für moderate Aspektverhältnisse ($b/a \leq 10$) ist die numerische Lösung bei $\delta=0,001$ sehr nahe an den Wert von G_p^{Kan} für den molekularen Strömungsbereich Gl. 8. Bei größeren Aspektverhältnissen dagegen ($b/a > 20$) ist die korrekte numerische Lösung noch weiter weg vom Wert des molekularen Strömungsgebietes, weil die Strömung noch nicht rein molekular ist.

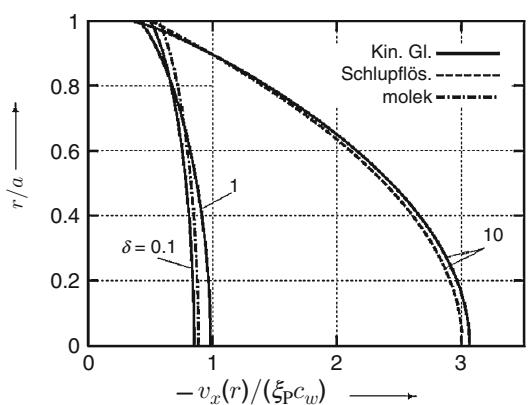
Der thermische Kriechkoeffizient G_T^{Kan} für einen Kanal ist in Abb. 8 und in Tab. 3 gezeigt. Er verschwindet im viskosen Strömungsgebiet ($\delta \rightarrow \infty$) in Übereinstimmung mit Gl. 19 und nimmt im molekularen Strömungsgebiet einen konstanten Wert an, der durch die Gl. 8 und 11 gegeben ist. Beide Koeffizienten, G_p^{Kan} und G_T^{Kan} , haben

Abb. 3

Geschwindigkeitsprofil $v_x(y)$ für eine ebene Poiseuille-Strömung

**Abb. 4**

Geschwindigkeitsprofil $v_x(r)$ für eine zylindrische Poiseuille-Strömung

**Abb. 5**

Geschwindigkeitsprofil $v_x(y)$ für eine ebene thermische Kriechströmung

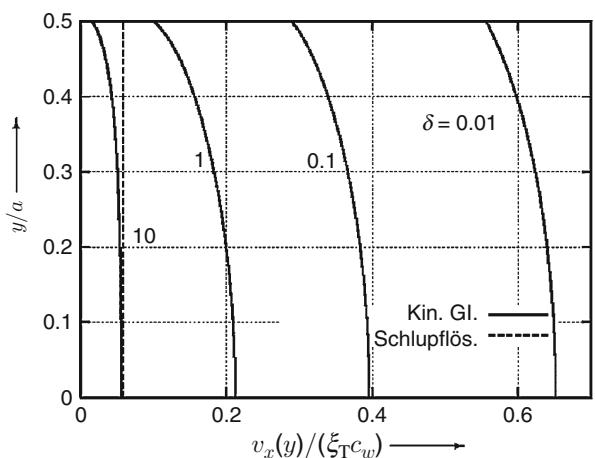
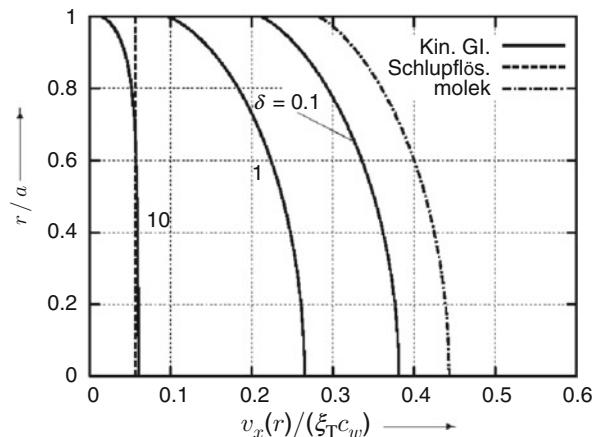
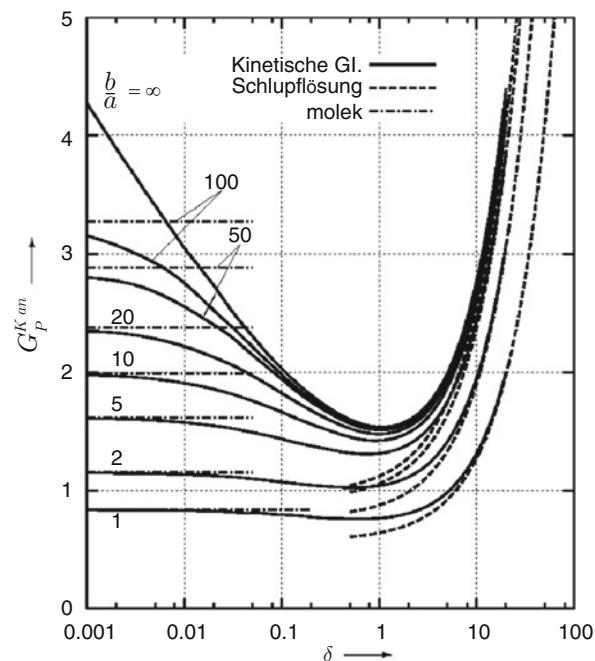


Abb. 6

Geschwindigkeitsprofil $v_x(\mathbf{r})$ für eine zylindrische thermische Kriechströmung

**Abb. 7** Poiseuille-

Koeffizient G_p^{Kan} in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ und dem Aspektverhältnis a/b . Durchgezogene Linie – numerische Lösung mit dem BGK-Modell – gestrichelte Linie – Schlupflösung Gl. 15; strichpunktierter Linie – Lösung für Molekularströmung (Gl. 8)



eine Singularität. Sie laufen gegen unendlich für $\delta \rightarrow 0$ und $b/a \rightarrow \infty$, da die Geometrie des Kanals entartet. In der Praxis ist das Aspektverhältnis jedoch endlich, so dass auch G_p^{Kan} und G_T^{Kan} endliche Werte besitzen.

Die mit dem linearisierten S-Modell erhaltenen Koeffizienten G_p^{Rohr} und G_T^{Rohr} für eine Rohrströmung [12] sind in den Bildern Abb. 9 und 10 gezeigt, Werte in den Tab. 2 und 3 gegeben. Wie bei einem Kanal hat der Poiseuille-Koeffizient auch beim

Tab. 2 Poiseuille-Koeffizient G_p bzw. reduzierter Massenstrom für Kanal und Rohr in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ [2]

δ	Kanal G_p^{Kan}	$b/a = 1$	2	5	10	20	50	100	∞	Rohr G_p^{Rohr}
0	0,8387	1,152	1,618	1,991	2,373	2,884	3,273	∞		1,505
0,001	0,8373	1,150	1,612	1,978	2,344	2,798	3,015	—		1,501
0,01	0,8315	1,137	1,577	1,910	2,217	2,551	2,695	3,050		1,480
0,02	0,8261	1,125	1,549	1,858	2,130	2,400	2,510	2,711		1,464
0,05	0,8124	1,099	1,492	1,759	1,971	2,149	2,214	2,302		1,434
0,1	0,7958	1,073	1,437	1,665	1,826	1,943	1,983	2,033		1,410
0,2	0,7766	1,046	1,379	1,563	1,678	1,752	1,776	1,808		1,391
0,5	0,7607	1,026	1,319	1,454	1,526	1,569	1,580	1,602		1,401
1,0	0,7660	1,041	1,315	1,424	1,480	1,513	1,520	1,539		1,476
2,0	0,8076	1,115	1,391	1,491	1,541	1,571	1,577	1,595		1,680
5,0	0,9846	1,413	1,753	1,870	1,929	1,962	1,973	1,991		2,367
10,0	1,314	1,955	2,437	2,599	2,683	2,729	2,753	2,769		3,575
20,0	2,000	3,077	3,864	4,121	4,267	4,341	4,368	4,397		6,049

Rohr ein kleines Knudsenminimum im Übergangsgebiet bei $\delta \approx 1$. Die Werte ändern sich im molekularen Strömungsgebiet wenig. Für große Werte von δ nähert sich die numerische Lösung dem analytischen Ausdruck Gl. 18. Der thermische Kriechkoeffizient G_T^{Rohr} verschwindet wieder im viskosen Strömungsgebiet ($\delta \rightarrow \infty$) wie Gl. 19 voraussagt und nimmt im molekularen Strömungsbereich $\delta \rightarrow 0$ einen konstanten Wert gemäß den Gl. 10 und 11 an. Kombiniert man die Lösungen Gl. 10 und 18 für die Grenzbereiche mit den numerischen Ergebnissen, so erhält man folgende Interpolationsformel mit der Methode der kleinsten Quadrate:

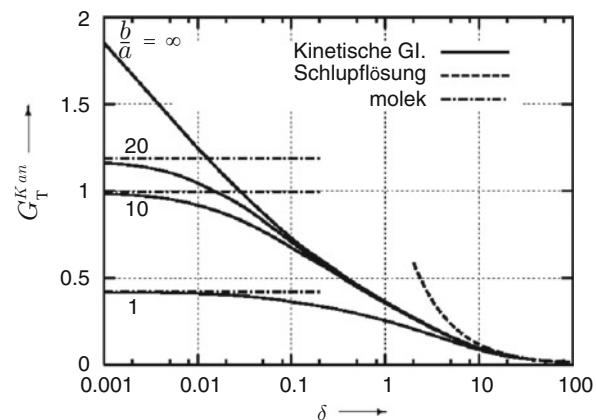
$$G_p^{\text{Rohr}} = \frac{8}{3 \cdot \sqrt{\pi}} \frac{1 + 0,04\delta^{0,7} \ln \delta}{1 + 0,78\delta^{0,8}} + \left(\frac{\delta}{4} + 1,018 \right) \frac{\delta}{1 + \delta}. \quad (20)$$

Diese Formel gibt die numerischen Werte aus Abb. 9 und Tab. 2 mit einer Abweichung von höchstens 0,4 % wieder.

Wir wollen dieses Ergebnis mit einer 1909 von Knudsen angegebenen Formel vergleichen. Basierend auf experimentellen Daten an Kreisrohren unter der Bedingung $p_2 \approx p_1$ hat Knudsen einen semiempirischen Ausdruck für den dimensionslosen Korrekturfaktor Z angegeben, mit dem eine gute Beschreibung des Strömungswertes im Übergangsbereich zwischen molekular und viskos erreicht wird:

$$Z = \frac{1 + \sqrt{\frac{8}{\pi} \cdot \frac{\bar{p} \cdot d}{\bar{c} \cdot \eta}}}{1 + \frac{21}{17} \cdot \sqrt{\frac{8}{\pi} \cdot \frac{\bar{p} \cdot d}{\bar{c} \cdot \eta}}} = \frac{1 + \frac{1,28}{Kn}}{1 + \frac{1,58}{Kn}} \quad (21)$$

Abb. 8 Thermischer Kriechkoeffizient G_p^{kan} in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ und dem Aspektverhältnis a/b . Durchgezogene Linie – numerische Lösung mit dem S-Modell [11]; gestrichelte Linie – Schlupflösung Gl. 19; strichpunktierter Linie – Lösung für Molekularströmung (Gl. 8 und 11)



Tab. 3 Thermischer Kriechkoeffizient G_T für Kanal und Rohr in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ [9, 12]

δ	Kanal G_T^{Kan}				Rohr G_T^{Rohr}
	$b/a = 1$	10	20	∞	
0	0,4193	0,9955	1,186	∞	0,7523
0,001	0,4181	0,9839	1,162	1,855	0,7486
0,01	0,4110	0,9165	1,044	1,246	0,7243
0,02	0,4037	0,8658	0,9662	1,078	0,7042
0,05	0,3857	0,7695	0,8291	0,8719	0,6637
0,1	0,3637	0,6763	0,7089	0,7320	0,6210
0,2	0,3390	0,5814	0,5968	0,6105	0,5675
0,5	0,2953	0,4490	0,4553	0,462	0,4779
1,0	0,2545	0,3553	0,3593	0,3633	0,3959
2,0	0,2070	0,2667	0,2693	0,2719	0,3016
5,0	0,1366	0,1598	0,1609	0,1621	0,1752
10,0	0,0868	0,0956	0,0961	0,0966	0,1014
20,0	0,0495	0,0522	0,0524	0,0526	0,0543

Hier ist η die Viskosität des Gases, \bar{c} die mittlere thermische Teilchengeschwindigkeit und $\bar{p} = (p_1 + p_2)/2$ der Mittelwert der Drücke am Eingang und Ausgang. Die Knudsenzahl Kn ist bei \bar{p} zu berechnen. Der Korrekturfaktor Z variiert zwischen 1 im molekularen Bereich und 0,81 im viskosen Bereich. Mit Z erhält man den Leitwert C eines langen Rohres im gesamten Druckbereich zu (Knudsenformel)

$$C = \frac{\pi}{12} \cdot \left(\frac{3}{32} \cdot \frac{\bar{p} \cdot d}{\eta \cdot \bar{c}} + Z \right) \cdot \frac{d^3}{l} \cdot \bar{c} \quad (22)$$

Der Poiseuille-Koeffizient G_p^{Rohr} kann auch aus der Knudsenformel gewonnen werden. Gemäß Gl. 14 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“ ist der Massenfluss mit dem Leitwert ausgedrückt:

Abb. 9 Poiseuille-Koeffizient G_p^{Rohr} in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ
Durchgezogene Linie – numerische Lösung mit dem S-Modell [12]; *gestrichelte Linie* – Schlupflösung Gl. 18; *strichpunktierter Linie* – Lösung für Molekularströmung (Gl. 10)

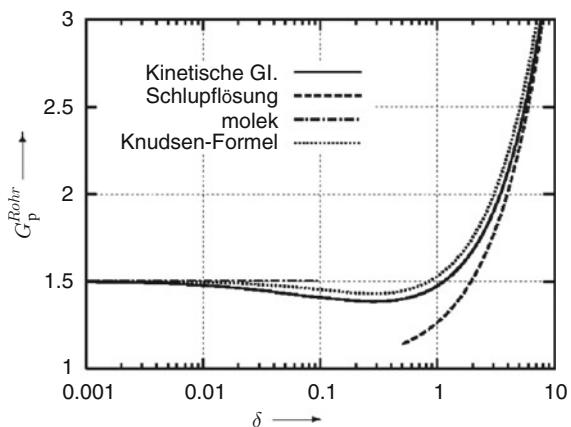
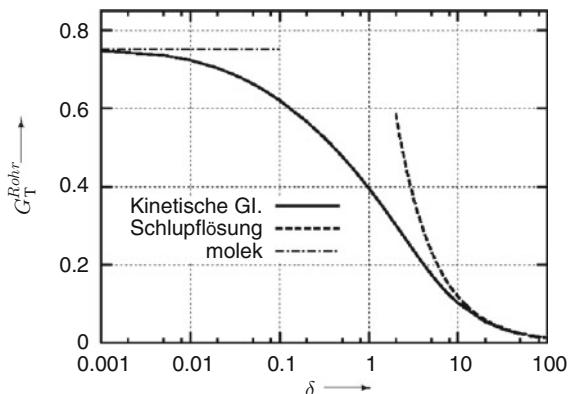


Abb. 10 Thermischer Kriechkoeffizient G_p^{Rohr} in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ
Durchgezogene Linie – numerische Lösung mit dem S-Modell [12]; *gestrichelte Linie* – Schlupflösung Gl. 19; *strichpunktierter Linie* – Lösung für Molekularströmung (Gl. 10 und 11)



$$\dot{m} = \frac{2C(p_1 - p_2)}{c_w^2}. \quad (23)$$

Kombiniert man diese Gleichung mit den Gl. 21, 22 und 3, dann erhält man den Poiseuille-Koeffizient für das Rohr gemäß Knudsen zu:

$$G_p^{\text{Rohr}}(\delta) = \frac{8}{3 \cdot \sqrt{\pi}} \frac{1 + \sqrt{8}\delta}{1 + \frac{21\sqrt{8}\delta}{17}} + \frac{\delta}{4}. \quad (24)$$

Wie in Abb. 9 gezeigt, überschätzt diese alte Knudsengleichung die numerischen Ergebnisse im Übergangsgebiet um etwa 5 %. Sie erbringt jedoch an den Grenzen genau die Lösungen Gl. 10 und 18.

Numerische Werte für eine nicht-diffuse Gas-Wandwechselwirkung wurden in [7, 8] berechnet, wobei der CL-Streukern verwendet wurde. Ein Vergleich dieser Werte

mit experimentellen wurde in [13] gemacht und ist in Abb. 11 gezeigt. Man erkennt, dass die experimentellen Werte für die leichten Gase Helium und Neon in guter Übereinstimmung mit den theoretischen sind für $\sigma_t \approx 0,9$, während das schwere Gas Ar offensichtlich diffus gestreut wird, $\sigma_t \approx 1$.

Gasströme von Gasmischungen durch lange Leitungen verschiedener Querschnitte sind in [14, 15] behandelt.

1.5 Strömung bei beliebigen Druck- und Temperaturdifferenzen

In den vergangenen Abschnitten wurde die Flussrate als Funktion eines lokalen Gradientens des Drucks ξ_p oder der Temperatur ξ_T berechnet. In der Praxis sind jedoch nicht diese Gradienten bekannt, sondern die Drücke und Temperaturen an den Enden einer Leitung. Deshalb werden in diesem Abschnitt Methoden der Flussratenberechnung als Funktion dieser Drücke und Temperaturen beschrieben.

Wir betrachten zwei Kammern mit Gas, welche durch eine Leitung der Länge L verbunden sind (Abb. 12). Das Gas in der linken Kammer wird konstant auf dem Druck p_1 und der Temperatur T_1 gehalten, während in der rechten Kammer der Druck p_2 und der Temperatur T_2 herrscht. Der Temperaturverlauf entlang der Leitung wird mit $T_W(x)$ bezeichnet und erfüllt die Randbedingungen $T_W(0) = T_1$ und $T_W(L) = T_2$.

Um die Flussrate zwischen den zwei Kammern als Funktion der Drücke p_1 und p_2 und der Temperaturen T_1 und T_2 zu berechnen, werden die zwei Gasverdünnungsparameter δ_1 und δ_2

Abb. 11 Poiseuille-Koeffizient G_p^{Rohr} in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ : Kurven – theoretische Lösung mit dem S-Modell [8] und CL-Streugesetz (9.47 in ▶ Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“), wobei volle Akkommmodation angenommen wurde, $a_n = 1$; Symbole – experimentelle Werte [13]

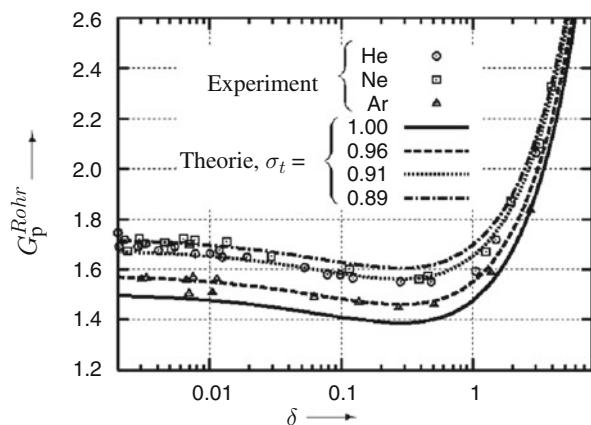
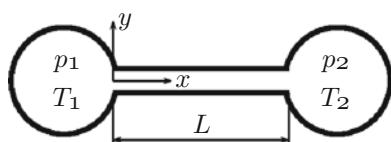


Abb. 12 Geometrie und Bezeichnungen der Leitungsströmung bei ausgangsseitig beliebigen Drücken und Temperaturen



$$\delta_1 = \frac{ap_1}{\eta_1 c_{w1}}, \delta_2 = \frac{ap_2}{\eta_2 c_{w2}} \quad (25)$$

eingeführt, wobei die Viskositäten η_1 und η_2 und die wahrscheinlichsten Geschwindigkeiten c_{w1} und c_{w2} den Temperaturen T_1 und T_2 entsprechen. Die Ergebnisse werden wiederum in der reduzierten Flussrate G ausgedrückt, welche sich zur Massenflussrate wie

$$\dot{m} = \frac{ap_1 A}{L c_{w1}} G \quad (26)$$

verhält, wenn A den Leitungsquerschnitt bezeichnet. Wir behandeln eine lange Leitung $L \gg a, b$, so dass die Druck- und Temperaturgradienten in jedem Querschnitt klein sind und Gl. 3 gilt. Kombiniert man diese Gleichung mit Gl. 26 und nimmt an, dass die Gastemperatur bei jedem Querschnitt am Punkt x der lokalen Wandtemperatur $T_w(x)$ gleich ist, erhält man eine Differentialgleichung für den lokalen Druck $p(x)$,

$$G = \frac{p(x)}{p_1} \sqrt{\frac{T_1}{T_w(x)}} \left[-G_p(\delta) \frac{L}{p} \frac{dp}{dx} + G_T(\delta) \frac{L}{T_w} \frac{dT_w}{dx} \right]. \quad (27)$$

$G_p(\delta)$ und $G_T(\delta)$ sind Funktionen des lokalen Gasverdünnungsparameters und werden durch die lokalen Drücke und Temperaturen ausgedrückt. Im Allgemeinen wird die Gleichung numerisch durch die finite Differenzenmethode gelöst.

Wenn die Flussrate G und der Druck p_2 auf der Niederdruckseite bekannt sind, wird eine Integration der Gl. 27 von $x=L$ bis $x=0$ mit der Randbedingung $p(L)=p_2$ ausgeführt. Aus dieser Integration erhält man p_1 . Sind die Drücke p_1 und p_2 bekannt, wird die Größe G angepasst, um die Randbedingungen $p(0)=p_1$ und $p(L)=p_2$ zu erfüllen. Im Folgenden werden einige Beispiele für die Anwendung der Gl. 27 gegeben.

1.5.1 Isotherme Strömung

Wir betrachten zunächst eine isotherme Strömung mit $T_w=T_1=T_2$. Dadurch vereinfacht sich die Integralgleichung Gl. 27 und die reduzierte Gasflussrate G wird direkt aus G_p berechnet:

$$G(\delta_1, \delta_2) = \frac{1}{\delta_1} \int_{\delta_2}^{\delta_1} G_p(\delta) d\delta. \quad (28)$$

Sobald die Funktion $G_p(\delta)$ bekannt ist, kann die Integration Gl. 28 ausgeführt werden. Beispiele für solche Integrationen sind in [16] für Rohre und [2] für Kanäle gezeigt. Setzt man Gl. 28 in 26 unter Benutzung von Gl. 25 ein, erhält man die Massenflussrate direkt aus dem Poiseuille-Koeffizienten G_p zu

$$\dot{m} = \frac{A\eta}{L} \int_{\delta_2}^{\delta_1} G_p(\delta) d\delta. \quad (29)$$

Bei quadratischen Kanälen $b/a=1$ und zylindrischen Rohren kann man die recht gute Näherung

$$G(\delta_1, \delta_2) = \frac{\delta_1 - \delta_2}{\delta_1} G_p\left(\frac{\delta_1 + \delta_2}{2}\right) \quad (30)$$

verwenden. Die relative Differenz zwischen exakter Integration Gl. 28 und obiger Näherung Gl. 30 ist nicht größer als 2 %. Für einen Kanal mit großem Aspektverhältnis, z. B. $b/a=100$, liegt die Genauigkeit von Gl. 30 noch bei etwa 6 %. Wenn die Näherungsformel benutzt wird, berechnet sich der Massenstrom aus

$$\dot{m} = \frac{A\eta}{L} (\delta_1 - \delta_2) G_p(\bar{\delta}) = \frac{aA(p_1 - p_2)}{c_{w1}L} G_p(\bar{\delta}), \quad \bar{\delta} = \frac{\delta_1 + \delta_2}{2}. \quad (31)$$

Wenn der Druckabfall klein ist, d. h. $p_1 - p_2 \ll p_1$, ist der Druckgradient ξ_p entlang der Leitung konstant und die Massenflussrate wird direkt aus Gl. 3 berechnet

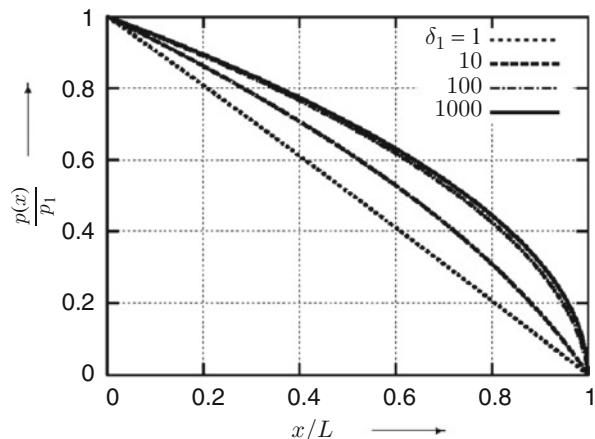
$$\dot{m} = \frac{aA(p_1 - p_2)}{c_{w1}L} G_p(\delta_1), \quad p_1 - p_2 \ll p_1 \quad (32)$$

Wenn die Flussrate G bekannt ist, kann die Druckverteilung entlang der Leitung durch Integration von Gl. 27 von einem Zwischenwert δ mit $\delta_2 \leq \delta \leq \delta_1$ berechnet werden

$$x = \frac{L}{G(\delta_1, \delta_2)} \frac{1}{\delta_1} \int_{\delta}^{\delta_1} G_p(\delta) \, d\delta. \quad (33)$$

Diese Gleichung liefert die Funktion $x=x(\delta)$. Diese Funktion muss invertiert werden, $\delta=\delta(x)$, um über $p(x)/p_1=\delta(x)/\delta_1$ die Druckverteilung zu erhalten. Typische Verteilungen für ein Rohr und den Fall $\delta_2=0$ sind in Abb. 13 gezeigt. Im molekularen

Abb. 13 Relative Druckverteilung entlang eines Rohres für $\delta_2=0$



Strömungsbereich und im Übergangsbereich ($\delta_1=1$) sind die Verteilungen gleich und linear. Für große Werte des Gasverdünnungsparameters ($\delta>10$) ist der Druckabfall über einen großen Bereich der Koordinate x linear und fällt dann am Rohrende stärker ab.

Beispiel 1

Helium fließe durch ein langes Rohr wie in Abb. 12. Man berechne den Massenstrom \dot{m} unter folgenden Bedingungen: Rohrradius $a=0,5$ mm, Rohrlänge 10 cm, $T_1=T_2=293$ K, $p_1/p_2=10$. Man betrachte die Druckwerte (a) $p_1=1$ Pa, (b) $p_1=200$ Pa, und (c) $p_3=1000$ Pa. Es ist $M=0,004$ kg/mol, $\eta=19,7 \cdot 10^{-6}$ Pa s (siehe Tab. 5.2 in ► Abschn. 1 in Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“), $\sigma_p=1,018$.

Da $p_1/p''_2 \ll 1$ muss Gl. 31 angewendet werden. Die wahrscheinlichste Geschwindigkeit wurde bereits in Beispiel 3 in ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“ zu $c_w=1103$ m/s berechnet.

a) Die Gasverdünnungsparameter δ_1 und δ_2 werden nach Gl. 25 berechnet:

$$\delta_1 = \frac{0,0005 \text{ m} \cdot 1 \text{ Pa}}{19,7 \cdot 10^{-6} \text{ Pa s} \cdot 1103 \text{ m/s}} = 0,0230, \quad \delta_2 = \delta_1 \frac{p_2}{p_1} = 0,00230.$$

Der durchschnittliche Gasverdünnungsparameter ist damit $\bar{\delta} = (\delta_1 + \delta_2)/2 = 0,0127$ und es ist $\delta \ll 1$, so dass Gl. 10 anzuwenden ist:

$$G_p(\bar{\delta}) = 1,5045.$$

Der Massenstrom \dot{m} wird mit Gl. 31 berechnet:

$$\dot{m} = \frac{3,14 \cdot (0,0005 \text{ m})^3 \cdot (1 \text{ Pa} - 0,1 \text{ Pa})}{1103 \text{ m s}^{-1} \cdot 0,1 \text{ m}} \cdot 1,5045 = 4,82 \cdot 10^{-12} \text{ kg/s}.$$

Dies entspricht einem molaren Fluss (Gl. 14 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“)

$$M = \frac{q_\nu = \dot{m}}{4,82 \cdot 10^{-12} \text{ kg s}^{-1}} = \frac{1,21 \cdot 10^{-9} \text{ mol/s}}{0,004 \text{ kg mol}^{-1}}$$

und nach Tab. 1 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“

$$q_{pV} = 2437 \text{ J mol}^{-1} \cdot 1,21 \cdot 10^{-9} \text{ mol/s} = 2,95 \cdot 10^{-6} \text{ Pam}^3 \text{ s}^{-1}$$

bei 20 °C.

- (b) Die Gasverdünnungsparameter δ_1 und δ_2 werden, wie oben, nach Gl. 25 berechnet zu $\delta_1 = 4,6$ und $\delta_2 = 0,46$. Der durchschnittliche Gasverdünnungsparameter ist somit $\bar{\delta} = (\delta_1 + \delta_2)/2 = 2,53$ und es ist $\delta \approx 1$, so dass Gl. 20 anzuwenden ist:

$$G_p(\bar{\delta}) = 1,5045 \frac{1 + 0,04 \cdot 2,53^{0,7} \ln 2,53}{1 + 0,78 \cdot 2,53^{0,8}} + \left(\frac{2,53}{4} + 1,018 \right) \frac{2,53}{1 + 2,53} = 1,79.$$

G_p eingesetzt in Gl. 31 liefert:

$$\dot{m} = \frac{3,14 \cdot (0,0005 \text{ m})^3 \cdot (200 \text{ Pa} - 20 \text{ Pa})}{1103 \text{ m s}^{-1} \cdot 0,1 \text{ m}} \cdot 1,79 = 1,15 \cdot 10^{-9} \text{ kg/s}.$$

Dies entspricht mit den Berechnungen, wie unter (a) beschrieben, einem molaren Fluss von $2,87 \cdot 10^{-7} \text{ mol s}^{-1}$ und $7,00 \cdot 10^{-4} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ bei 20°C .

- (c) Die Gasverdünnungsparameter δ_1 und δ_2 werden wie unter (a) nach Gl. 25 zu $\delta_1 = 23,0$ und $\delta_2 = 2,3$ berechnet. Der durchschnittliche Gasverdünnungsparameter ist somit $\bar{\delta} = (\delta_1 + \delta_2)/2 = 12,7$ und es ist $\delta > 10$, so dass Gl. 18 anzuwenden ist:

$$G_p(\bar{\delta}) = \frac{12,7}{4} + 1,018 = 4,19.$$

G_p eingesetzt in Gl. 31 liefert:

$$\dot{m} = \frac{3,14 \cdot (0,0005 \text{ m})^3 \cdot (1000 \text{ Pa} - 100 \text{ Pa})}{1103 \text{ m s}^{-1} \cdot 0,1 \text{ m}} \cdot 4,19 = 1,34 \cdot 10^{-8} \text{ kg/s}.$$

Dies entspricht mit den Berechnungen, wie unter (a) beschrieben, einem molaren Fluss von $3,35 \cdot 10^{-6} \text{ mol s}^{-1}$ und $8,16 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ bei 20°C .

1.5.2 Nicht-Isotherme Strömung

Wenn die Temperaturen T_1 und T_2 unterschiedlich sind, sollte Gl. 27 numerisch gelöst werden. Da die Viskosität temperaturabhängig ist, $\eta(T)$, trifft dies nach Gl. 2 in ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“ auch für $\delta(x)$ zu. Zur Berechnung von $\delta(x)$ verwendet man einen theoretischen Ausdruck von $\eta(T)$, z. B. den nach dem Harte-Kugel-Modell. Dann erhält man den lokalen Gasverdünnungsparameter aus δ_1 durch

$$\delta(x) = \delta_1 \frac{T_1}{p_1} \frac{p(x)}{T_W(x)}. \quad (34)$$

In der Regel hat die Kammer mit kleinerem Druck p_2 auch eine kleinere Temperatur, d. h. $T_2 < T_1$. In Abb. 14 sind zwei Beispiele für eine Rohrströmung bei $T_2/T_1 = 0,5$ und $T_2/T_1 = 0,25$ gezeigt, wobei gleichzeitig $\delta_2 = 0$. Bei großen Werten von δ erhöht sich die reduzierte Flussrate für abnehmendes T_2 , während im molekularen Strömungsbereich die Temperatur die Flussrate G nur unwesentlich beeinflusst.

Wenn Druck- und Temperaturabfall klein sind, d. h. $p_1 - p_2 \ll p_1$ und $T_1 - T_2 \ll T_1$, wird die Massenflussrate direkt aus Gl. 3 berechnet:

$$\dot{m} = \frac{aAp_1}{c_{w1}L} \left[\frac{p_1 - p_2}{p_1} G_p(\delta_1) - \frac{T_1 - T_2}{T_1} G_T(\delta_1) \right], \text{ für } p_1 - p_2 \ll p_1; T_1 - T_2 \ll T_1. \quad (35)$$

1.6 Variable Querschnitte

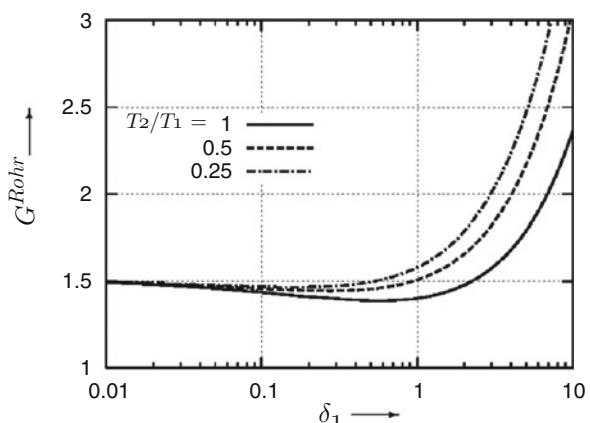
Gl. 27 kann für Leitungen von sich ändernden Querschnitten verallgemeinert werden. Zur Vereinfachung betrachten wir jedoch nur Rohrströmungen. Es wird angenommen, dass sich der Rohrradius langsam mit der x -Koordinate ändert, d. h. da/dx sei klein. In diesem Fall errechnet sich der Massenstrom aus dem reduzierten Fluss G^{Rohr} durch

$$\dot{m} = \frac{\pi a_1^3 p_1}{L c_{w1}} G^{\text{Rohr}}. \quad (36)$$

$a_1 = a(0)$ bezeichnet den Rohrradius am Rohranfang. Mit Hilfe von Gl. 10 erhalten wir ([17])

$$G^{\text{Rohr}} = \frac{p(x)}{p_1} \sqrt{\frac{T_1}{T_w(x)}} \left[\frac{a(x)}{a_1} \right]^3 \left(-G_p^{\text{Rohr}} \frac{L}{p} \frac{dp}{dx} + G_T^{\text{Rohr}} \frac{L}{T_w} \frac{dT_w}{dx} \right). \quad (37)$$

Abb. 14 Reduzierte Flussrate G^{Rohr} durch ein Rohr in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ_1 für $\delta_2 = 0$ und verschiedene Temperaturverhältnisse T_2/T_1 an den Enden



In [17] wurden für ein konisches Rohr mit einem linearen Anstieg des Radius von

$$a(x) = a_1 + \frac{x}{L} (a_2 - a_1) \quad (38)$$

einige Werte für G^{Rohr} auf der Basis von Gl. 37 numerisch berechnet. Sie sind in Tab. 4 wiedergegeben. $a_2 = a(L)$ bezeichnet den Rohrradius am Rohrende. Für isotherme Bedingungen $T_w = T_1 = T_2$ und im molekularen ($\delta_1, \delta_2 \ll 1$) oder viskosen Strömungsbereich ($\delta_1, \delta_2 \gg 1$) kann die Integration von Gl. 37 analytisch durchgeführt werden. Man erhält:

$$G^{\text{Rohr}} = \frac{16}{3\sqrt{\pi}} \frac{(a_2/a_1)^2}{1 + a_2/a_1} \left(1 - \frac{p_2}{p_1} \right), \text{ für } \delta_1, \delta_2 \ll 1 \text{ und} \quad (39)$$

$$G^{\text{Rohr}} = \frac{3\delta_1}{8} \frac{(a_2/a_1)^3}{1 + a_2/a_1 + (a_2/a_1)^2} \left(1 - \left(\frac{p_2}{p_1} \right)^2 \right), \text{ für } \delta_1, \delta_2 \gg 1. \quad (40)$$

Diese Gleichungen geben eine ungefähre Vorstellung zum Einfluss einer Radiusänderung. Setzt man die Gl. 39 und 40 in Gl. 36 ein, erhält man die Massenflussrate im molekularen Strömungsbereich zu

$$\dot{m} = \frac{16\sqrt{\pi}}{3} \frac{(a_1 a_2)^2 (p_1 - p_2)}{c_{w1}(a_1 + a_2)L}, \text{ für } \delta_1, \delta_2 \ll 1 \quad (41)$$

und im viskosen Strömungsbereich

$$\dot{m} = \frac{3\pi}{8} \frac{(a_1 a_2)^3 (p_1^2 - p_2^2)}{\eta c_{w1}^2 (a_1^2 + a_1 a_2 + a_2^2)L}, \text{ für } \delta_1, \delta_2 \gg 1 \quad (42)$$

Tab. 4 Reduzierter Massenstrom G^{Rohr} für ein konisches Rohr in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ_1 und dem Druckverhältnis p_2/p_1 bei $a_2/a_1 = 10$ und konstanter Temperatur ([17])

δ_1	G^{Rohr}				
	$p_2/p_1 = 0,0$	0,01	0,1	0,5	0,9
0	27,35	27,08	24,62	13,68	2,735
0,01	27,04	26,76	24,29	13,42	2,672
0,1	25,95	25,67	23,21	12,78	2,547
1	25,99	25,73	23,57	13,80	2,910
10	52,29	52,17	50,66	35,56	8,531
100	354,5	354,2	350,1	263,1	66,21

Ein häufig in der Praxis vorkommender Fall ist $\delta_1 \gg 1$, $\delta_2 \ll 1$ und gleichzeitig $a_2 \gg a_1$. Die Abhängigkeit von G^{Rohr} von δ_1 und dem Radiusverhältnis a_2/a_1 bei $\delta_2 = 0$ ist in Abb. 15 und in Tab. 5 gezeigt. Bei großen Werten von a_2/a_1 wird G^{Rohr} proportional zu demselben, d. h.

$$G^{\text{Rohr}} \propto \frac{a_2}{a_1}; \quad \frac{a_2}{a_1} \gg 1 \quad (43)$$

Diese Proportionalität ist auch bereits aus den Gl. 39 und 40 erkennbar. Man kann somit G^{Rohr} für große a_2/a_1 aus G^{Rohr} für z. B. $a_2/a_1 = 40$ berechnen, indem man letzteren Wert mit dem Faktor (1/40) (a_2/a_1) multipliziert.

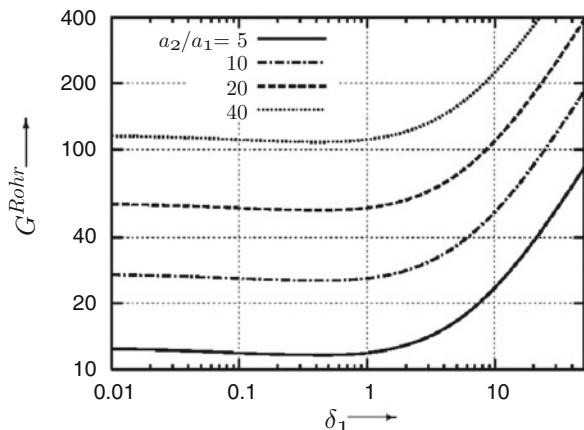
1.7 Thermomolekulares Druckverhältnis

Das thermische Kriechen verursacht einen weiteren interessanten Effekt, den der thermischen Transpiration, oder auch thermomolekulares Druckverhältnis genannt. Wir legen wieder die in Abb. 12 gegebene Geometrie des abgeschlossenen Systems zugrunde. Die Temperaturen T_1 und T_2 seien unterschiedlich. Dann richten sich die Drücke p_1 und p_2 so ein, dass es keine Netto-Strömung durch die Leitung gibt. Dazu muss das thermische Kriechen durch einen Poiseuille-Fluss, der aus einem Druckabfall angetrieben wird, kompensiert werden. In diesem Zustand verhält sich das Druckverhältnis zum Temperaturverhältnis wie

$$\frac{p_1}{p_2} = \left(\frac{T_1}{T_2} \right)^\gamma. \quad (44)$$

Der Exponent γ ist vor allem dann von Bedeutung, wenn ein Druckmessgerät über eine längere Leitung mit der Kammer verbunden ist, in der der Druck gemessen werden soll

Abb. 15 Reduzierte Flussrate G^{Rohr} für ein Rohr mit veränderlichem Radius in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsfaktor δ_1 bei $\delta_2 = 0$



Tab. 5 Reduzierter Massenstrom G^{Rohr} für ein konisches Rohr in Abhängigkeit vom Gas-verdünnungsparameter δ_1 und dem Radiusverhältnis a_2/a_1 bei $\delta_2 = 0$ und konstanter Temperatur [17]

δ_1	G^{Rohr}			
	$a_2/a_1 = 5$	10	20	40
0,01	12,39	27,02	56,54	115,6
0,02	12,29	26,79	56,07	114,7
0,05	12,09	26,35	55,13	112,7
0,1	11,90	25,93	54,25	110,9
0,2	11,72	25,54	53,45	109,3
0,5	11,63	25,34	53,03	108,4
1,0	11,90	25,96	54,35	111,1
2,0	12,89	28,18	59,03	120,7
5,0	16,64	36,59	76,79	157,1
10,0	23,63	52,25	109,8	224,8
20,0	38,34	85,15	179,2	367,0
50,0	83,32	185,6	391,0	800,9

(siehe ► Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“). In solchen Fällen ist die Temperatur des Druckmessgerätes oft anders als die der Kammer.

Wenn die Temperaturdifferenz klein ist, ist γ gegeben durch

$$\gamma = \frac{G_T}{G_p}; |T_1 - T_2| \ll T_1 \quad (45)$$

Für eine beliebige Temperaturdifferenz verwendet man Gl. 27 mit der Annahme $G = 0$ und erhält

$$\frac{dp}{dT_W} = \frac{p}{T_W} \frac{G_T(\delta)}{G_p(\delta)}. \quad (46)$$

Der Gasverdünnungsparameter δ wird bei dem jeweils lokal herrschenden Druck und der lokal herrschenden Temperatur ausgewertet. Im Allgemeinen löst man diese Differentialgleichung numerisch. Wenn der Druck p_1 vorgegeben und p_2 aus Gl. 45 berechnet wird, so kann man γ aus Gl. 44 berechnen. Es ist interessant, dass γ nicht von der Temperaturverteilung T_W abhängt, sondern nur durch das Temperaturverhältnis T_2 / T_1 und den Gasverdünnungsparameter δ_1 bestimmt ist.

Im molekularen Strömungsbereich $\delta_1, \delta_2 \ll 1$ kann die Integration von Gl. 46 analytisch erfolgen. Wir haben bereits festgestellt, dass $G_T = G_p / 2$ für $\delta \rightarrow 0$, so dass

$$\gamma = \frac{1}{2}; \delta_1, \delta_2 \ll 1 \quad (47)$$

für jedes Temperaturverhältnis T_2 / T_1 und jede Art von Leitung. Berechnet man G_T und G_p für eine lange Leitung im molekularen Strömungsbereich für eine Mischung aus

diffuser und spiegelnder Reflexion (Gl. 46 in ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“), erhält man $G_T = G_p/2$ für jeden beliebigen Koeffizienten α . Das bedeutet, Gl. 47 gilt auch für diffuse-spiegelnde Reflexion.

Nach [18] ist der experimentelle Wert für γ exakt 1/2. Für Helium dagegen wurden Werte kleiner als 1/2 veröffentlicht, in [18] von 0,4, in [19] von 0,464. Es liegt nahe, diese Abweichung von 0,5 durch eine nicht diffuse Wechselwirkung der He-Atome mit der Wand zu erklären, jedoch haben wir oben bereits erwähnt, dass der diffus-spiegelnde Streukern, unabhängig von α , $\gamma = 0,5$ liefert. Mit dem CL-Streukern (Gl. 47 in ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“) dagegen kann man Werte kleiner 0,5 erhalten. Daraus kann man schlussfolgern, dass der CL-Streukern (Gl. 47 in ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“) der physikalischen Gas-Wand-Wechselwirkung besser entspricht.

Im viskosen Strömungsbereich ist der Quotient G_T/G_p proportional zu δ^2 , so dass

$$\gamma \propto \frac{1}{\delta_1^2}; \quad \delta_1, \delta_2 \gg 1 \quad (48)$$

wobei die Proportionalitätskonstante durch den thermischen Schlupfkoeffizienten β_T und die Art des Querschnitts bestimmt wird.

Setina [20] hat eine aus Experimenten erhaltene empirische Gleichung für γ für mehrere Gasarten und Rohrleitungen angegeben. Berücksichtigt man, dass die Temperaturdifferenz klein ist, $(T_2 - T_1)/T_1 = 0,07$, können wir diese empirische Formel in den hier verwendeten Notationen als

$$\gamma = \frac{0,5}{1 + 0,092\delta^2 + 0,518\delta + 0,317\delta^{1/2}}; \quad \frac{|T_1 - T_2|}{T_1} \ll 1. \quad (49)$$

schreiben.

Die theoretischen Ergebnisse [9, 12] für γ bei diffuser Streuung sind in Abb. 16 für ein Rohr (durchgezogene Linie) und einen Kanal (gestrichelt) gezeichnet. Im Übergangsgebiet und im beginnenden viskosen Strömungsbe reich wird γ durch die Form des Leitungsquerschnitts und des Temperaturverhältnisses T_2/T_1 beeinflusst. Die empirische Gl. 49 ist als punktierte Linie hinzugefügt und zeigt eine gute Übereinstimmung mit den theoretischen Ergebnissen [12]. Auch für das große Temperaturverhältnis $T_2/T_1 = 3,8$ stimmen die theoretischen Rechnungen [12] gut mit den experimentellen Werten [18] für Helium überein (offene Kreise in Abb. 16).

Abb. 17 zeigt Ergebnisse für γ in einem engeren Bereich von δ_1 . Die Linien repräsentieren Ergebnisse [8] aus theoretischen Rechnungen mit dem S-Modell und dem CL-Streugesetz, die Punkte experimentelle Werte aus [21]. Das schwerste Gas Xenon ist kompatibel mit der theoretischen Kurve für $\sigma_t = 1,0$, so dass von einer vollständigen Akkommodation der Gasteilchen mit der Wand ausgegangen werden muss. Argon zeigt Übereinstimmung mit $\sigma_t = 0,94$, so dass eine leichte Abweichung

Abb. 16 Der Exponent γ aus Gl. 44 in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ_1 : Durchgezogene Linie – theoretische Ergebnisse [12] für ein Rohr mit diffuser Streuung; gestrichelte Linie – theoretische Ergebnisse [9] für einen rechteckigen Kanal mit $b/a = 10$ und diffuser Streuung; gepunktete Linie – empirische Gl. 49; offene Kreise – experimentelle Daten für ein Rohr [18, 19]

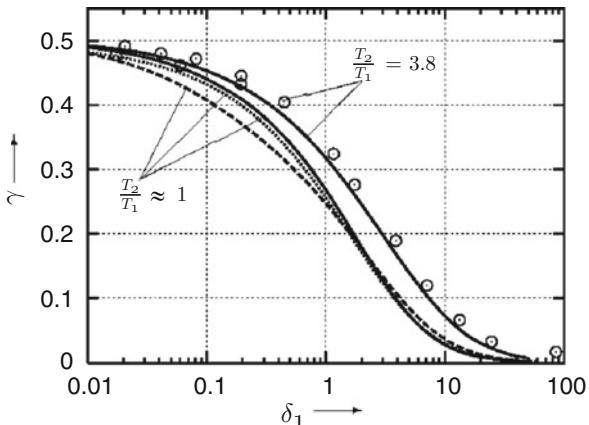
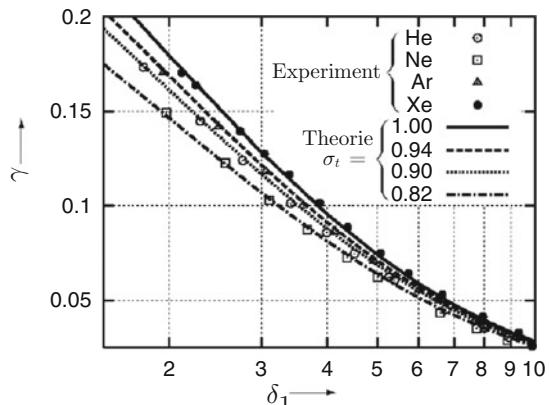


Abb. 17 Der Exponent γ aus Gl. 44 in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ_1 für ein Rohr und $T_2/T_1 \approx 1$: Linien – theoretische Ergebnisse [8], erhalten mit dem CL-Streugesetz (Gl. 47 in ▶ Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“) und $a_n = 1$; Symbole – experimentelle Daten [21]

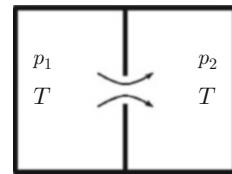


von der diffusen Streuung vorhanden zu sein scheint. Für die leichten Gase Ne und He ist die Abweichung noch etwas stärker ($\sigma_t = 0,82$ bzw. $0,90$).

2 Durchfluss durch Blenden

Der Fluss durch eine Blende stellt den entgegengesetzten Grenzfall zu einer langen Leitung dar. Hier soll eine infinitesimal dünne Abtrennung zwischen zwei Kammern betrachtet werden. Die Kammern enthalten ein Gas auf gleicher Temperatur T , aber bei verschiedenen Drücken p_1 und p_2 . Es sei $p_2 < p_1$. Die Kammern seien, wie in Abb. 18 gezeigt, durch eine kreisrunde Blende miteinander verbunden. Wir interessieren uns für den Massenstrom m durch die Blende in Abhängigkeit vom Druckverhältnis p_2/p_1 und dem Gasverdünnungsparameter δ_1 , der sich aus dem Druck p_1 und dem Blendenradius a ergibt

Abb. 18 Geometrie und Bezeichnungen des Flusses durch eine Blende



$$\delta = \frac{ap_1}{\mu c_w}. \quad (50)$$

Im molekularen Strömungsgebiet ($\delta_1 = 0$) und bei $p_2/p_1 = 0$ wird der Massenstrom mit den Molekularströmen aus Gl. 14 in ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“ berechnet:

$$\dot{m}_0 = \pi a^2 m_T j_1 = \frac{\sqrt{\pi} a^2}{c_w} p_1 \quad \text{für } \delta_1 \rightarrow 0, \quad \frac{p_2}{p_1} \rightarrow 0, \quad (51)$$

wobei j_1 beim Druck p_1 ausgewertet wird. Für ein beliebiges Druckverhältnis p_2/p_1 wird der Massenstrom aus der Differenz der entgegengesetzten Flüsse berechnet zu

$$\dot{m} = \pi a^2 m_T (j_1 - j_2) = \dot{m}_0 \left(1 - \frac{p_2}{p_1} \right) \quad \text{für } \delta_1 \rightarrow 0, \quad (52)$$

wobei j_2 beim Druck p_2 ausgewertet wird.

Numerisch mit der DSMC-Methode erhaltene Werte von Flussraten durch eine Blende sind in [22, 23] berichtet. Die statistische Streuung der Flussrate konnte mit einer hinreichend großen Zahl von Teilchen und Stichproben (siehe ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“) auf unter 1 % reduziert werden. Die Abhängigkeit des reduzierten Massenstroms \dot{m}/\dot{m}_0 vom Gasverdünnungsparameter δ_1 ist in Abb. 19 gezeigt. Dabei wurden Druckverhältnisse von $p_2/p_1 = 0; 0,1; 0,5$ und $0,9$ berücksichtigt. Die numerisch erhaltenen Werte sind in guter Übereinstimmung mit experimentellen Ergebnissen [24, 25]. Im molekularen Strömungsbereich ($\delta_1 = 0$) nähern sich die numerisch erhaltenen Werte dem theoretischen Ausdruck (Gl. 52). Für $\delta_1 > 100$ sind die Änderungen der Flussrate recht klein und liegen innerhalb der numerischen Genauigkeit für alle hier behandelten Druckverhältnisse. In diesem Sinne decken die gezeigten Daten den ganzen Bereich des Gasverdünnungsparameters δ_1 ab.

Für den Massenstrom durch eine Blende in eine Kammer mit $p_2 = 0$ wurde folgende empirische Formel vorgeschlagen [26]:

$$\dot{m} = \dot{m}_0 \left(1 + \frac{0,4733 + 0,6005/\sqrt{\delta_1}}{1 + 4,559/\delta_1 + 3,094/\delta_1^2} \right) \quad \text{für } \frac{p_2}{p_1} \rightarrow 0 \text{ und } 0 \leq \delta_1 \leq 20. \quad (53)$$

Diese Formel ist in Abb. 19 durch die gestrichelte Linie wiedergegeben.

Für viele praktische Anwendungen wird die Flussrate für kleine Werte des Gasverdünnungsparameters, d. h. $\delta_1 \ll 1$, gebraucht. In diesem Fall kann Gl. 52 durch einen linearen Term korrigiert werden:

$$\dot{m} = \dot{m}_0 \left(1 - \frac{p_2}{p_1} \right) (1 + A\delta_1) \text{ für } \delta_1 \ll 1 \quad (54)$$

Werte für die Konstante A sind in Tab. 6 aufgelistet. Diese Werte wurden mittels der Methode der kleinsten Quadrate aus numerischen Rechnungen für $0 \leq p_2/p_1 \leq 0,9$ und für ein experimentelles Ergebnis [27] für $p_2/p_1 \approx 1$ erhalten.

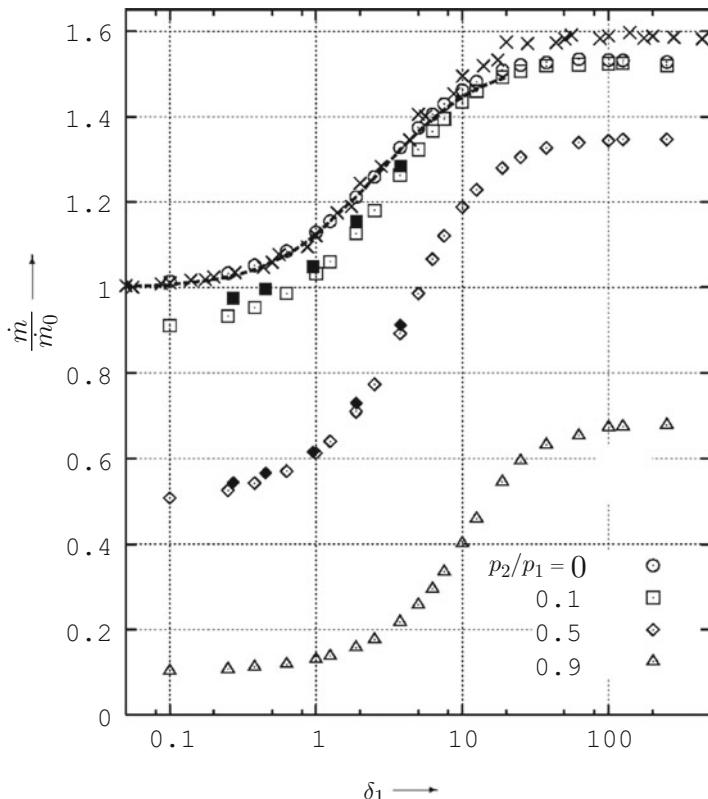


Abb. 19 Reduzierter Massenstrom \dot{m}/\dot{m}_0 durch eine Blende in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ_1 : Offene Symbole – DSMC-Simulation [22, 23]; Ausgefüllte Symbole – experimentelle Werte aus [25]; Kreuze – experimentelle Werte aus [24]; gestrichelte Linie – empirische Formel 5135 [26]

Tab. 6 Die Konstante A in Gl. 54 für einige Werte von p_2/p_1

p_2/p_1	0	0,1	0,5	0,9	1
A	0,13	0,15	0,23	0,31	0,34

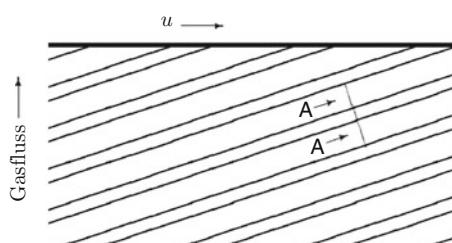
3 Modellierung einer Holweckpumpe

Dieser Abschnitt soll der Vorgehensweise gewidmet sein, wie komplizierte Gasströme, die in verschiedenen Arten von Pumpen auftreten, modelliert werden können. Diese Ströme werden durch eine Überlagerung von verschiedenen Lösungen der kinetischen Gleichung berechnet. Als Beispiel diene eine Holweckpumpe (► Kap. 19, „Molekular- und Turbomolekularpumpen“), welche aus zwei koaxialen Zylindern besteht. Während die eine Zylinderwand glatt ist, besitzt die andere spiralförmige Nuten. Eine Rotation des glatten Zylinders bewirkt einen Gasstrom von einer Kammer niedrigen Drucks zu einer Kammer hohen Drucks, also einen Pumpeffekt. Im Allgemeinen ist der Gasfluss durch so eine Pumpgeometrie dreidimensional und benötigt entsprechend großen Rechenaufwand. Um den Aufwand zu verringern, wird der Fluss auf zwei Dimensionen reduziert, indem die Nutkrümmung und Endeffekte vernachlässigt werden. Man betrachtet eine Ebene mit rechteckigen Nuten in regelmäßigen Abständen (Abb. 20). Die gegenüberliegende glatte Wand bewegt sich nach rechts über die genutete Oberfläche und verursacht einen aufwärts gerichteten Fluss wie in Abb. 20 gezeigt. Der Querschnitt einer Nut ist rechts (b) in Abb. 20 gezeigt.

Die Lösung des Problems erfolgt in zwei Stufen. In der ersten Stufe müssen vier voneinander unabhängige Probleme über den ganzen Bereich des Gasverdünnungsparameters gelöst werden:

- (i) der longitudinale Couette-Fluss, d. h. der Gasfluss, der durch die Wandbewegung entlang der z-Achse verursacht wird. Das entsprechende Koordinatensystem ist in Abb. 20 gezeigt.
- (ii) der longitudinale Poiseuille-Strom, d. h. der Gasfluss, der durch den Druckgradienten entlang der z-Achse fließt.
- (iii) der transversale Couette-Fluss, d. h. der Gasfluss durch die Wandbewegung entlang der Achse.
- (iv) der transversale Poiseuille-Fluss, d. h. der Gasfluss, der durch einen Druckabfall in x-Richtung durch ein Nut-Kanten-Paar verursacht wird. Die Lösung dieser vier Probleme ist durch die Größe der Nuten und Kanten und durch den lokalen Gasverdünnungsparameter bestimmt. Die Lösung dieser Stufe benötigt viel CPU-Zeit.

Abb. 20 Geometrie der simulierten Holweckpumpe und Querschnitt der Nut AA



In der zweiten Stufe wird eine lineare Überlagerung der vier verschiedenen Flüsse vorgenommen. Die erforderliche Methodik ist in [28] beschrieben. Diese Stufe benötigt nicht viel Rechenzeit und erlaubt uns auch, viele Parameter wie den Neigungswinkel der Nut, den Vorpakuum- und Hochvakuumdruck, die Winkelgeschwindigkeit des rotierenden Zylinders, die Gasart, die Gastemperatur usw. zu ändern.

Unter Anwendung dieser Methodik wurden das Kompressionsverhältnis und das Saugvermögen berechnet. Die Ergebnisse für das Kompressionsverhältnis K_0 (Gl. 19.7, ► Abschn. 2 in Kap. 19, „Molekular- und Turbomolekularpumpen“) sind in Abb. 21 wiedergegeben. Man sieht, dass die numerischen Ergebnisse in angemessener Übereinstimmung mit den experimentellen Messwerten sind. Die Ergebnisse für das Saugvermögen im Abb. 22 sind als dimensionslose Größe wiedergegeben, welche durch

$$G = \frac{S}{a^2 c_w N_{\text{nut}}} \quad (55)$$

definiert sind. S ist das Saugvermögen, a die Tiefe einer Nut, N die Anzahl der Nuten. Physikalisch gesehen ist G die dimensionslose Flussrate durch eine einzelne Nut in vertikaler Richtung (Abb. 22). Der Vergleich der numerisch erhaltenen Werte für G mit den experimentellen Werten zeigt die Wirksamkeit der linearen

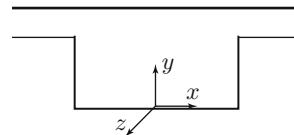
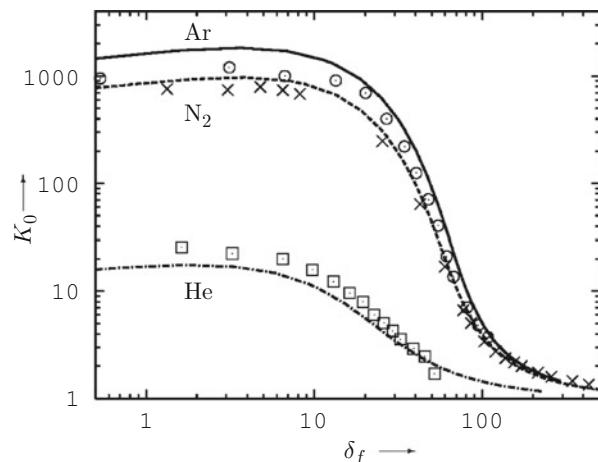


Abb. 21 Kompressionsverhältnis in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter im Vorvakumbereich [28]: Linien – theoretische Ergebnisse; Symbole – experimentelle Ergebnisse

Abb. 22 Dimensionsloses Saugvermögen G in Abhängigkeit vom Gasverdünnungsparameter δ_h [28]: Linien – theoretische Ergebnisse; Symbole – experimentelle Ergebnisse



Superposition von mehreren Lösungen der linearisierten kinetischen Gleichung. Details zu den numerischen Rechnungen und den Messungen können [28] entnommen werden.

4 Strömung im gesamten Druckbereich

4.1 Kennzeichnung der Strömung

In der Praxis möchte man häufig den Strömungsleitwert eines Bauteils über den gesamten Bereich von molekularer bis viskoser Strömung wissen. Ferner kann durchaus der Fall auftreten, dass bei einem Rohr am Eingang der Druck so hoch ist, dass dort viskose Strömung herrscht, während am Ausgang der Druck so gering ist, dass dort molekulare Strömung herrscht. Die beiden Grenzfälle molekulärer und viskoser Strömung wurden in diesem und in den ► Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“ und Molekulare Strömung von Gasen behandelt. Im Zwischenbereich haben wir in diesem Kapitel Lösungswege skizziert und teilweise Näherungsformeln angegeben. Wir wollen hier die Ergebnisse zusammenfassen und durch einige Messungen und Diagramme ergänzen.

4.2 Strömung durch dünne Kreisblende

Es wurde der Fall der sehr dünnen Kreisblende (Blendendicke $l \ll$ Durchmesser d) betrachtet. Die Blende soll zwischen zwei Kesseln montiert sein, wobei in einem Kessel der Druck p_1 und in dem anderen Kessel ein vernachlässigbar kleiner Druck p_2 ($p_2 \ll p_1$) herrscht. Im Fall der molekularen Strömung ist der Strömungsleitwert (Gl. 9 in ► Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“):

$$C_{\text{molekular}} = \frac{1}{4} \cdot \bar{c} \cdot A \quad (56)$$

Im Fall viskoser Strömung wird die Strömung von der Gasdynamik bestimmt. Bei kleinem Ausgangsdruck ist die Strömung verblockt. Der Leitwert ergibt sich aus Gl. 25 in ► Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“ mit 6.27, ferner ist noch die Kontraktion (Einschnürung) der Strömung zu berücksichtigen (Gl. 26 in ► Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“):

$$C_{\text{viskos}} = 0,86 \cdot \sqrt{\frac{\pi}{4} \cdot \bar{c} \cdot A \cdot \Psi^*} \quad (57)$$

Tab. 7 zeigt Werte der Ausflussfunktion Ψ^* im Fall der Verblockung sowie das Verhältnis der Leitwerte im viskosen und molekularen Bereich für verschiedene Gase.

Der Leitwert der dünnen Blende ändert sich über den gesamten Strömungsbereich nur um ca. 50 %. Experimentelle Daten des Blendenleitwerts für verschiedene Gase

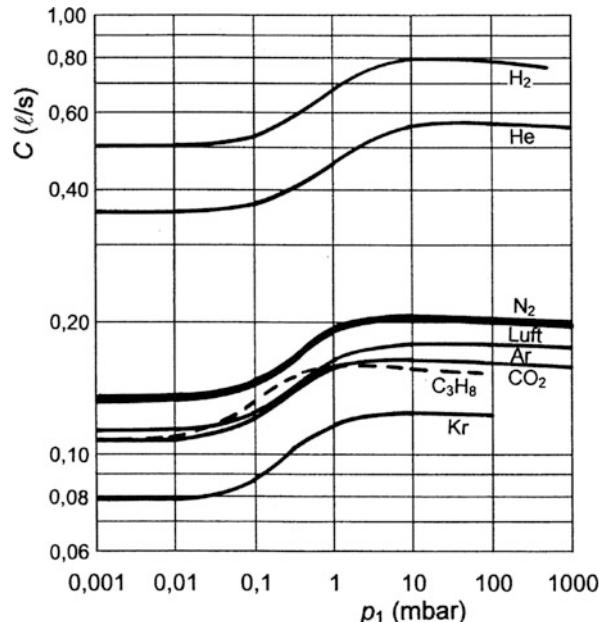
sind in Abb. 23 gezeigt. Die gleichen Daten sind in normierter Form im Abb. 24 aufgetragen. Zur Normierung wurde der Leitwert jeweils durch den Leitwert bei Molekularströmung geteilt. Ferner wurde anstelle des Drucks die inverse Knudsenzahl aufgetragen. Diese wurde gemäß Gl. 2 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“ berechnet, wobei für den Druck der eingangsseitige Druck p_1 (nicht der mittlere Druck) verwendet wurde.

Vergleicht man das Verhältnis der Leitwerte im viskosen und im molekularen Bereich wie es experimentell gemessen wurde (Abb. 24) mit der theoretischen Vorhersage (Tab. 7), so ergibt sich gute Übereinstimmung. Auffallend ist, dass der Leitwert nicht monoton vom molekularen Wert zum viskosen Wert zunimmt, sondern dass bei der Kundszahl $\text{Kn}^{-1} \approx 100$, also an der oberen Grenze des Übergangsbereichs, ein Maximum auftritt. Grund hierfür ist, dass an dieser Grenze zwar schon weitgehend viskose Strömung herrscht, das Gas jedoch noch

Tab. 7 Ausflussfunktion Ψ^* bei verblockter Strömung (Gl. 16 in ► Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“) und Verhältnis der Leitwerte im viskosen (Gl. 57) und im molekularen (Gl. 56) Bereich bei Strömung durch eine Blende, wobei der Auslassdruck klein gegenüber dem Einlassdruck ist

	Einatomare Gase: Edelgase, Metalldämpfe	Zweiatomare Gase: z. B. Luft	Dreiatomare Gase: Molekül nicht geradlinig, z. B. Wasser	Vielatomare Gase: z. B. Öldampf
Ψ^*	0,513	0,484	0,476	0,444
$C_{\text{viskos}} / C_{\text{molekular}}$	1,56	1,48	1,45	1,35

Abb. 23 Gemessener Strömungsleitwert einer dünnen Blende mit Durchmesser 1,22 mm für verschiedene Gase bei Raumtemperatur. Die Abszisse zeigt den Eingangsdruck, der Ausgangsdruck ist vernachlässigbar klein



nicht so dicht ist, dass die Kontraktion in vollem Ausmaß (angenommener Faktor 0,86) eintritt.

Abb. 24 bestätigt für das Bauelement Blende die in Gl. 3 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“, dass für $\text{Kn}^{-1} < 2$ molekulare Strömung und für $\text{Kn}^{-1} > 100$ viskose Strömung vorliegt.

Beispiel 2

Strömung von Luft der Temperatur 20 °C durch eine dünne Blende. Bei Molekularströmung beträgt die Volumenstromdichte pro Blendenfläche nach Gl. 56:

$$j_V = 11,6 \frac{\text{L}}{\text{s} \cdot \text{cm}^2} \quad (58)$$

Bei gasdynamischer Strömung beträgt die maximale Volumenstromdichte bei Verblockung nach Gl. 57:

$$j_V = \frac{C_{\text{viskos}}}{A} = 0,86 \sqrt{\frac{\pi}{4}} \cdot 463 \frac{\text{m}}{\text{s}} \cdot 0,484 = 17,1 \frac{\text{L}}{\text{s} \cdot \text{cm}^2} \quad (59)$$

Der Leitwert der dünnen Blende ändert sich über den gesamten Strömungsbereich verhältnismäßig wenig. Bei molekularer Strömung, bei der ein Gasteilchen nur durch die Blende tritt, wenn es zufällig auf die Eintrittsöffnung fällt, beträgt der Leitwert

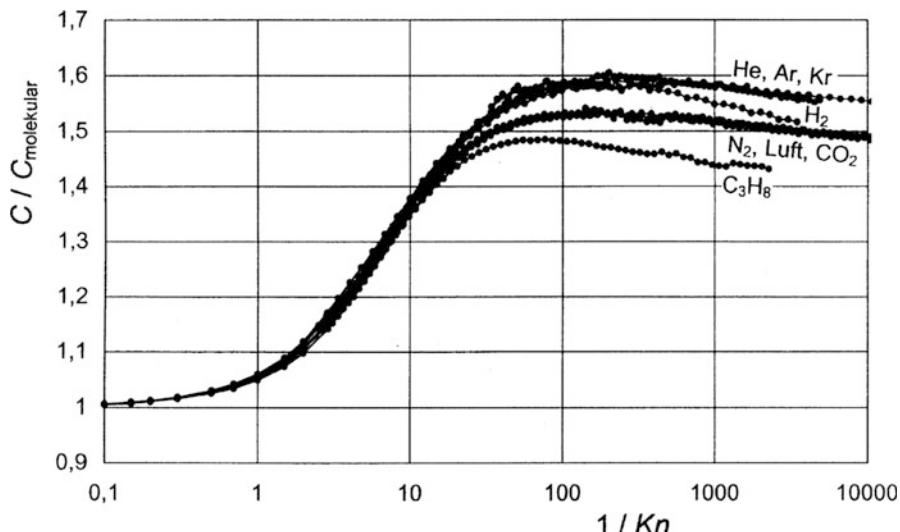


Abb. 24 Strömungsleitwert einer dünne Blende. Gleiche Daten wie in Abb. 23, jedoch es wurde für Abszisse und Ordinate eine normierte Darstellung gewählt

(bei Luft) etwa 73 % des Wertes bei viskoser Strömung, bei der eine kollektive Bewegung von Gasteilchen aus dem Raum vor der Blende durch die Blende herrscht.

4.3 Strömung durch langes Kreisrohr

Bei einer langen Leitung, d. h. Länge $l \gg$ (hydraulischem) Durchmesser d , ist der Leitwert $C_{\text{molekular}}$ im molekularen Bereich unabhängig vom Druck, während der Leitwert C_{viskos} im viskosen Bereich proportional dem Druck ist. Daher gilt bei genügend kleinem Druck (molekularer Bereich) $C_{\text{viskos}} \ll C_{\text{molekular}}$ und bei genügend großem Druck (viskoser Bereich) $C_{\text{molekular}} \ll C_{\text{viskos}}$. Näherungsweise kann man den Leitwert einer langen Leitung dadurch beschreiben, auch für andere Bauelemente als Kreisrohre, dass man zwei parallel geschaltete Leitungen annimmt, wobei die eine den molekularen Leitwert und die andere den viskosen Leitwert besitzt. Es ergibt sich damit folgende Formel:

$$C \approx C_{\text{molekular}} + C_{\text{viskos}} \quad (60)$$

Diese Formel beschreibt die beiden Grenzfälle molekularer und viskoser Strömung korrekt und ist eine Näherung im Übergangsbereich.

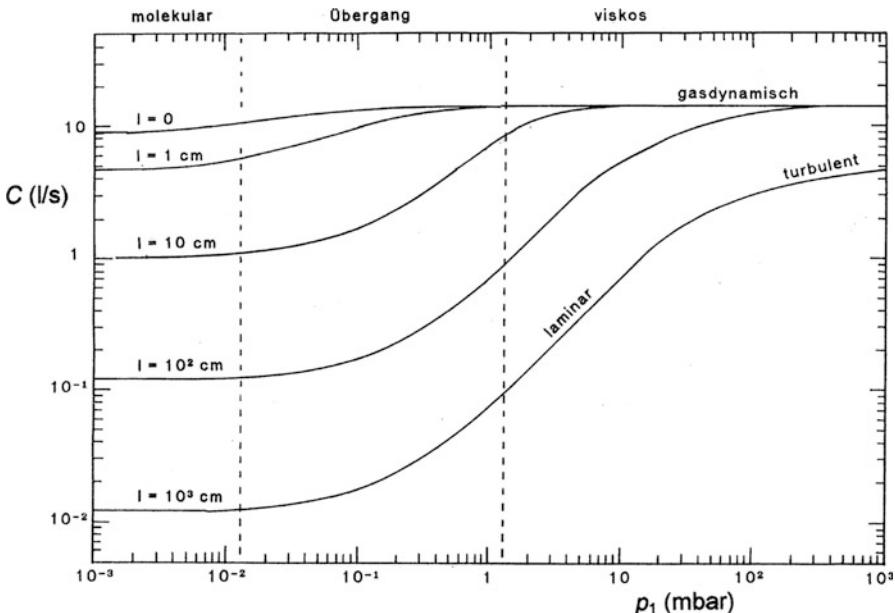


Abb. 25 Strömungsleitwert von Kreisröhren mit Durchmesser $d = 1$ cm und unterschiedlichen Längen für Luft von 20°C . Die Abszisse zeigt den Eingangsdruck p_1 , der Ausgangsdruck p_2 wurde als vernachlässigbar klein angenommen. Die Grenzfälle wurden berechnet, dazwischen wurde frei Hand interpoliert

Die beste Näherung für ein Kreisrohr im gesamten Druckbereich kann mit Hilfe der Gl. 20 erhalten werden. Aus Gl. 3 ergibt sich der Massenfluss

$$\dot{m} = \frac{A(p_1 - p_2)}{c_w} G_p^{\text{Rohr}}, \quad (61)$$

der pV -Durchfluss mit Hilfe von Gl. 14 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“ zu

$$q_{pV} = \frac{Ac_w(p_1 - p_2)}{2} G_p^{\text{Rohr}}, \quad (62)$$

und der Leitwert zu

$$C = \frac{Ac_w}{2} G_p^{\text{Rohr}}. \quad (63)$$

Abb. 25 gibt einen Überblick über Leitwerte für Luft bei einem Rohr mit 1 cm Durchmesser und den angegebenen Längen in Abhängigkeit vom Eingangsdruck (ausgangsseitiger Druck $p_2 = 0$).

Literatur

1. Sharipov, F., Seleznev, V.: Data on internal rarefied gas flows. J. Phys. Chem. Ref. Data **27**, 657–706 (1998)
2. Sharipov, F.: Rarefied gas flow through a long rectangular channel. J. Vac. Sci. Technol. A **17**, 3062–3066 (1999)
3. Sharipov, F.: Application of the Cercignani-Lampis scattering kernel to calculations of rarefied gas flows. II Slip and jump coefficients, Eur. J. Mech. B/Fluids **22**, 133–143.#2 (2003)
4. Sharipov, F., Kalempa, D.: Velocity slip and temperature jump coefficients for gaseous mixtures I. Viscous slip coefficient. Phys. Fluids A **15**, 1800–1806.#3 (2003)
5. Sharipov, F., Kalempa, D.: Velocity slip and temperature jump coefficients for gaseous mixtures I. Thermal slip coefficient. Phys. Fluids A **16**, 759–764 (2004)
6. Valougeorgis, D., Thomas, J.R.: Exact numerical results for Poiseuille and thermal creep flow in a cylindrical tube. Phys. Fluids **29**, 423–429 (1986)
7. Sharipov, F.: Application of the Cercignani-Lampis scattering kernel to calculations of rarefied gas flows I. Plane flow between two parallel plates. Eur. J. Mech. B/Fluids **21**, 113–123 (2002)
8. Sharipov, F.: Application of the Cercignani-Lampis scattering kernel to calculations of rarefied gas flows II. Poiseuille flow and thermal creep through a long tube. Eur. J. Mech. B/Fluids **22**, 145–154 (2003)
9. Sharipov, F.: Rarefied gas flow through a long rectangular channel. J. Vac. Sci. Technol. A **17**, 3062–3066 (1999)
10. Tatsios, G., Stefanov, S.K., Valougeorgis, D.: Predicting the Knudsenparadox in long capillaries by decomposing the flow into ballistic and collision parts, Phys. Rev. E **91**, 061001-1 ... 061001-5. (2015). <https://doi.org/10.1103/PhysRevE.91.061001>
11. Sharipov, F.: Non-isothermal gas flow through rectangular microchannels. J. Micromech. Microeng. **9**, 394–401 (1999)
12. Sharipov, F.: Rarefied gas flow through a long tube at any temperature difference. J. Vac. Sci. Technol. A **14**, 2627–2635 (1996)

13. Porodnov, B.T., Suetin, P.E., Borisov, S.F., Akinshin, V.D.: Experimental investigation of rarefied gas flow in different channels. *J. Fluid Mech.* **64**, 417–437 (1974)
14. Sharipov, F., Kalempa, D.: Gaseous mixture flow through a long tube at arbitrary Knudsen number. *J. Vac. Sci. Technol. A* **20**, 814–822 (2002)
15. Naris, S., Valougeorgis, D., Sharipov, F., Kalempa, D.: Gaseous mixture flow between two parallel plates in the whole range of the gas rarefaction. *Physica A* **336**, 294–318 (2004)
16. Sharipov, F., Seleznev, V.: Rarefied gas flow through a long tube at any pressure ratio. *J. Vac. Sci. Technol. A* **12**, 2933–2935 (1994)
17. Sharipov, F., Bertoldo, G.: Rarefied gas flow through a long tube of variable radius. *J. Vac. Sci. Technol. A* **23**, 531–533 (2005)
18. Seleznev, V.D., Porodnov, B.T., Kulev, A.N., Flyagin, A.G., Kudertzev, A.N., Obraz, S.P.: Knudsen molecular flow through a channel for small temperature difference at its ends. (Auf Russisch) *Inzhenerno-Fizicheskii Zhurnal* **54**, 719–724 (1988)
19. Edmonds, T., Hobson, G.P.: A study of thermal transpiration using ultra-high vacuum techniques. *J. Vac. Sci. Technol. A* **2**, 182–197 (1965)
20. Setina, J.: New approach to corrections for thermal transpiration effects in capacitance diaphragm gauges. *Metrologia* **36**, 623–626 (1999)
21. Borodnov, B.T., Kulev, A.N., Tukhvetov, F.T.: Thermal transpiration in a circular capillary with a small temperature difference. *J. Fluid Mech.* **88**, 609–622 (1978)
22. Sharipov, F.: Rarefied gas flow into vacuum through a thin orifice. Influence on the boundary conditions. *AIAA Journal* **40**, 2006–008 (2002)
23. Sharipov, F.: Numerical simulation of rarefied gas flow through a thin orifice. *J. Fluid Mech.* **518**, 35 (2004)
24. Jitschin, W., Ronzheimer, M., Khodabakhshi, S.: Gas flow measurement by means of orifices and Venturi tubes. *Vacuum* **53**, 181–85 (1999)
25. Sreekanth, A.K.: Transition flow through short circular tubes. *Phys. Fluids* **8**, 1951–956 (1965)
26. Fujimoto, T., Usami, M.: Rarefied gas flow through a circular orifice and short tubes. *J. Fluids Eng.* **106**, 367–73 (1984)
27. Borisov, S.F., Neudachin, I.G., Porodnov, B.T., Suetin, P.E.: Flow of rarefied gases through an orifice for small pressure drop. (Auf Russisch) *Zhurnal Tekhnicheskoy Fiziki* **43**, 1735–739 (1973)
28. Sharipov, F., Fahrenbach, P., Zipp, A.: Numerical modelling of Holweck pump. *J. Vac. Sci. Technol. A* **23**, 1331–1329 (2005)



Sorption und Diffusion

11

Karl Jousten

Zusammenfassung

Die Oberflächen der Innenwände eines Vakuumbehälters bestimmen ganz wesentlich die Eigenschaften des Vakuums im Behälter. Die Adsorptionsenergie bestimmt, welche und wie viele Moleküle an der Oberfläche haften und sich von ihr lösen (desorbieren) und dadurch in das Vakuum des Behälters eintreten. Im Festkörper der Vakuumwände gelöste Moleküle wandern zur inneren Oberfläche und desorbieren ebenfalls von ihr. Diese Ausgasung begrenzt den Druck, der in einer Vakuumkammer erreicht werden kann.

1 Sorptionsphänomene und deren Bedeutung – Begriffe und Terminologie

Treffen auf eine feste Oberfläche, genannt *Adsorbens* (Abb. 1), Atome oder Moleküle aus einer Gas- oder Dampfphase, so werden sie mit der Haftwahrscheinlichkeit (sticking probability) $s \leq 1$ festgehalten bzw. mit der Wahrscheinlichkeit $(1 - s)$ reflektiert. Die haftenden *Adteilchen*, genannt das *Adsorbat*, werden entweder durch *Dipolkräfte* oder *Van-der-Waals-Kräfte (Physisorption)* oder durch *Elektronenaustauschkräfte (kovalente Bindung, Chemisorption)* festgehalten. Die aus diesen Kräften resultierende Bindungsenergie wird Adsorptionsenergie E_{ad} (auch Adsorptionswärme) genannt.

In Abb. 2 ist der Potenzialverlauf eines Moleküls A₂ bzw. zweier Atome 2A in Abhängigkeit vom Abstand zur Oberfläche gezeigt. Bei Physisorption ist $E_{ad} = E_p$. Im Falle der Chemisorption molekularer Adsorbate ist manchmal (z. B. bei H₂, O₂, N₂, nicht bei CO, CO₂) eine Energieschwelle, genannt Aktivierungsenergie E_{akt} , zu

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

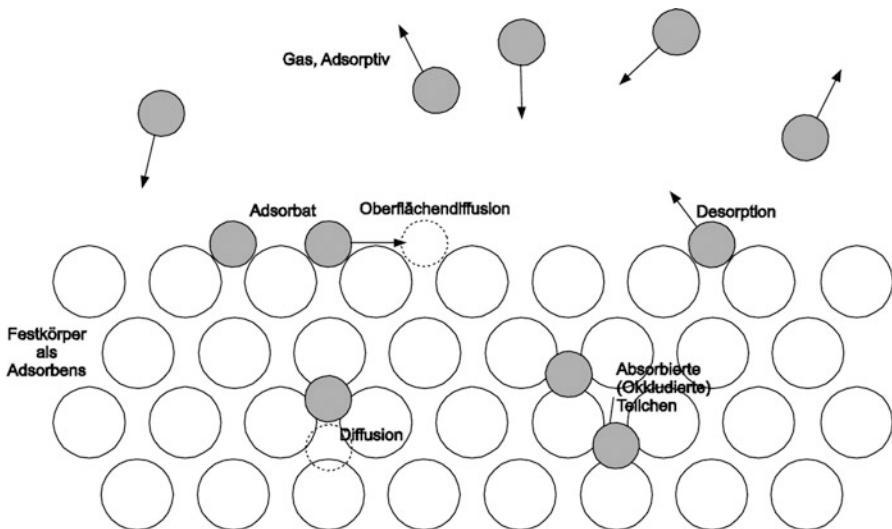


Abb. 1 Zur Terminologie der Sorptionsvorgänge. Die *nicht ausgefüllten Kreise* stellen die Atome dar, die den Festkörper bilden, auf dessen Oberfläche Gasatome oder Moleküle (*graue Kreise*) auftreffen und anschließend adsorbieren und eindiffundieren (*absorbieren*) oder wieder desorbieren

überwinden [1]. An dieser Stelle (siehe Abb. 2) dissoziieren die in Frage stehenden Moleküle in Atome ($A_2 \rightarrow 2 A$) und diese werden anschließend chemisorbiert. Dabei wird die Summe von Aktivierungsenergie und zweimal Adsorptionsenergie der Atome ($E_{\text{akt}} + E_c$) frei (Abb. 2). Eine solche aktivierte Adsorption können nur Moleküle erfahren, die in großem Abstand von der Adsorbens-Oberfläche eine kinetische Energie in Richtung senkrecht zur Oberfläche $E_{\text{kin}, \perp} > E_{\text{akt}}$ besitzen. Zur Desorption der Adteilchen ist eine Desorptionsenergie E_{des} aufzuwenden, die gleich der Adsorptionsenergie E_{ad} ist. Die molaren Desorptionsenergien liegen bei der Physisorption unter $E_{\text{des}} \approx 40 \text{ kJ/mol}$ ($0,4 \text{ eV}$ je Teilchen), bei der Chemisorption in der Größenordnung von $E_{\text{des}} \approx 80 \text{ kJ/mol}$ bis 800 kJ/mol ($0,8 \text{ eV}$ bis 8 eV je Teilchen). Die Bindung durch Chemisorption ist also etwa 10-mal stärker als durch Physisorption. Tab. 1 gibt einige Werte von E_{des} . Gehen die *Adteilchen* mit den *Oberflächenteilchen* eine stöchiometrische chemische Bindung ein, wobei eine Umlagerung der Teilchen des Adsorbens stattfindet, so erreichen die Adsorptionsenergien die Werte chemischer Reaktionsenergien, die noch etwas größer als die der Chemisorption sind.

Die Adteilchen können auch in das Adsorbens eindiffundieren: Sie werden im Festkörper „gelöst“. In diesem Fall spricht man von *Absorption* oder *Okklusion*. Von *Sorption* spricht man, wenn man über die relativen Anteile der beiden Effekte, Adsorption und Absorption, keine Aussage machen kann oder will (vgl. das Schema in Abb. 3).

Das im Innern des Festkörpers befindliche okkludierte Gas tritt mit einer, im Vergleich zum an der Oberfläche adsorbierten selben Gas, beträchtlich größeren Zeitkonstante ins Vakuum aus. Dieser Vorgang wird als „*Ausgasung*“ bezeichnet

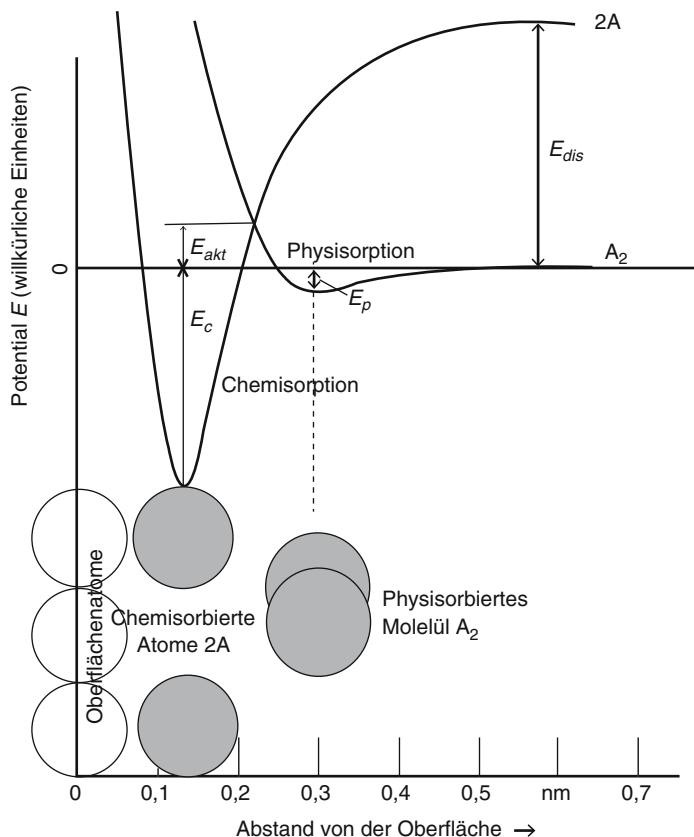


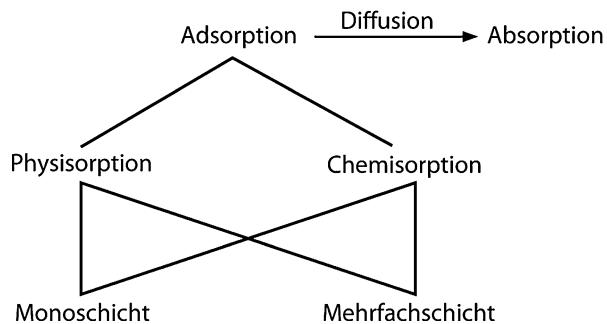
Abb. 2 Der Potenzialverlauf eines Moleküls A_2 bzw. zweier Atome 2A im Abstand von der Oberfläche eines Adsorbens. Ein physisorbiertes Molekül A_2 wird mit der Energie $E_{ad} = E_p$ im Abstand von etwa 0,3 nm (variiert für verschiedene Adsorbat/Adsorbens-Kombinationen zwischen 0,2 nm und 0,4 nm) von der Oberfläche festgehalten. Die für eine Dissoziation $A_2 \rightarrow 2A$ nötige Energie E_{dis} ist in Oberflächennähe stark reduziert zu E_{akt} . Wird diese Aktivierungsenergie E_{akt} überwunden, dissoziert das Molekül und die beiden Atome A werden mit der Energie E_c im Abstand von etwa 0,15 nm an der Oberfläche chemisorbiert

und in Abschn. 2.7 gesondert behandelt. Oft werden der Einfachheit halber die physikalisch verschiedenen Vorgänge, Desorption (von der Oberfläche) und Ausgasung (aus dem Festkörper) unter dem Begriff Desorption zusammengefasst. Dies hat seinen Grund darin, dass ein im Festkörper gelöstes Teilchen zuerst an die Oberfläche wandern, sozusagen „von innen heraus adsorbieren“ muss, um von dort desorbieren zu können. Wir unterscheiden hier jedoch zwischen Desorption und Ausgasung. Der früher verwendete Begriff „Entgasung“ als Oberbegriff dieser beiden Vorgänge sollte vermieden werden, weil unter Entgasung in der Regel die gesteuerte Entfernung gelöster Gase aus Festkörpern oder Flüssigkeiten verstanden wird.

Tab. 1 Adsorptionsenergien E_{ad} gleich Desorptionsenergien E_{des} des Adsorbats einiger Gase an einigen vakuumtechnisch wichtigen Stoffen in eV (1 eV = 96,2 kJ/mol) bei $\theta = 0$. Wegen der Messunsicherheit und den spezifischen Eigenschaften der Oberfläche (z. B. Kristallebene, Stufe) ist nur die Angabe von zwei Dezimalstellen sinnvoll. Bei größeren Abweichungen verschiedener Messwerte oder in Abhängigkeit von der Kristallebene/-stufe ist der Bereich angegeben

Adsorbat	Adsorbens								
	Ti	Fe	Ni	Pd	Ta	W	Au	Pt	Al 6063
H ₂ /H		1,4	1,3	0,9–1,1	2,0	1,9	1,7		Edelstahl
O ₂ /O	10,8	5,5–6,2	5,5	2,4–2,9	9,5	8,4–9,6			
N ₂ /N		0,32/ 0,29							
CO	6,7–6,9	2,0	1,3–1,8	1,8	5,8	3,6	1,5–2,2		
CO ₂	7,1	2,6	1,9		7,3	4,7			
H ₂ O							1,1		0,82–1,05
									0,89–1,08

Abb. 3 Bezeichnungsschema der Sorptionsvorgänge



In der *Adsorptionsphase* können die Adteilchen in *einer Schicht dicht gepackt* sein (Abb. 4). In dieser „*monomolekularen Schicht*“ findet man eine flächenbezogene Anzahldichte.

$$\tilde{n}_{\text{mono}} := \frac{N}{A} \quad (1)$$

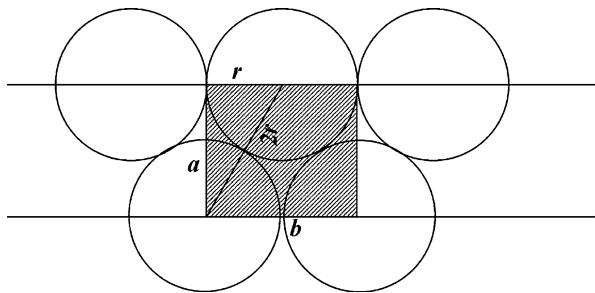
Dabei ist N die Anzahl der nebeneinander liegenden Teilchen auf der dafür benötigten Fläche A . Bei geringerer als monoatomarer Bedeckung mit der Flächenanzahl dichte $\tilde{n} < \tilde{n}_{\text{mono}}$ herrscht ein „*Bedeckungsgrad*“.

$$\theta = \frac{\tilde{n}}{\tilde{n}_{\text{mono}}} \quad (2)$$

Beispiel 1

Nach Tab 3.9 in ► Abschn. 2.5 des Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ ist der Radius eines typischen adsorbierenden Moleküls oder Atoms $r = 1,6 \cdot 10^{-10}$ m. Bei dichtester Packung benötigt ein Teilchen (siehe Abb. 4)

Abb. 4 Dichteste Packung auf einer Oberfläche. Der schraffierte Bereich gibt die kleinste mögliche rechteckige Zelle mit der Fläche A und den 2 Seiten a und b an. Es ist $b = 2r$ und nach dem Satz des Phythagoras $a = \sqrt{3}r$, somit $A = 2\sqrt{3}r^2$.



die Fläche $A = 2 \cdot \sqrt{3}r^2$; dann errechnet sich die Flächendichte einer Monoschicht (monomolekular, monoatomar) zu

$$\tilde{n}_{\text{mono}} = \frac{1}{A} = \left[2 \cdot \sqrt{3} (1,6 \cdot 10^{-10})^2 \text{ m}^2 \right]^{-1} = 1,13 \cdot 10^{19} \text{ m}^{-2} \approx 10^{15} \text{ cm}^{-2}$$

Bei monoatomarer Belegung befinden sich also etwa 10^{15} Teilchen auf einem Quadratzentimeter geometrischer Oberfläche; dies ist eine wichtige Merkzahl für Monobelegung. Dabei muss allerdings bemerkt werden, dass eine technische Oberfläche sehr viel größer sein kann als eine geometrische Oberfläche, weil in atomaren Dimensionen (einige bis viele Atomabstände) viele Stufen und Spitzen auftreten. Dieser Sachverhalt muss in der Technik des Ultrahochvakuum berücksichtigt werden.

Baut sich über der Monoschicht eine weitere Adschicht auf, so wirken als Adsorptionskräfte bei der ersten weiteren Schicht auch die Kräfte zwischen den einander gleichen Adsorbatteilchen. Bei weiteren Schichten ist dies fast ausschließlich der Fall. Die Desorptionsenergie der Teilchen dieser Schichten entspricht daher etwa der Verdampfungswärme Δh des festen Adsorptivs, wenn die Adsorptionsschicht unbeweglich, oder des flüssigen Adsorptivs, wenn die Schicht beweglich ist, (Beispiel: Δh (Wasser, 0 °C) = 45,00 kJ/mol = 0,47 eV/Molekül, Δh (Eis, 0 °C) = 50,86 kJ/mol = 0,53 eV/Molekül).

Ist die Anzahldichte n bzw. der Druck des Adsorptivs in der Gasphase groß, so können sich viele Adsorptionsschichten übereinander aufbauen. Man spricht dann von *Kondensation* (vgl. ► Abschn. 2 im Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“).

Die Erscheinungen von Sorption und Kondensation spielen in allen Druckbereichen der Vakuumtechnik eine große Rolle. Bei Sorptionspumpen (► Kap. 20, „Passive Sorptionspumpen“), Ionizerstäuberpumpen (► Kap. 21, „Aktive Sorptionspumpen“), Kondensatoren (► Kap. 17, „Kondensatoren“) und Kryopumpen (► Kap. 22, „Kryotechnik und Kryopumpen“) wird das Adsorbieren und Kondensieren von Gasmolekülen zum Pumpen ausgenutzt. Bei den NEG-Pumpen (► Abschn. 3.2 in Kap. 20, „Passive Sorptionspumpen“) wird das Eindiffundieren von adsorbierten Teilchen zur Aktivierung der Pumpen eingesetzt.

Bei der Evakuierung eines Hochvakuumbehälters nach Belüften verzögern die adsorbierten Gasteilchen das Erreichen eines bestimmten Druckes oder können es sogar praktisch verhindern. Die Gase, die bei höherem Druck (z. B. beim Lagern an

atmosphärischer Luft oder beim Belüften einer Vakuumapparatur) adsorbiert wurden (z. B. Sauerstoff, Stickstoff, Wasserdampf), werden im Vakuum je nach Größe der Desorptionsenergie mehr oder weniger schnell abgegeben. Diese desorbierenden Moleküle sind auch eine Quelle von Verunreinigungen, was besonders in der Halbleiterindustrie von Bedeutung ist. Beispielsweise haben Sauerstoffatome in Metallisierungsprozessen verheerende Auswirkungen, wenn sie die Leitfähigkeit beeinträchtigen. Je kleiner die Strukturen von integrierten Schaltkreisen (IC) werden, desto weniger Teilchen genügen, einen IC zum Versagen zu bringen.

Bei Teilchenbeschleunigern begrenzen die Restgasteilchen die Lebensdauer und die Qualität des Teilchenstrahls, in Gravitationswellendetektoren die Auflösung, mit der Längenänderungen im Michelson-Interferometer detektiert werden können.

Bei der Vakuummessung kann Adsorption das Messergebnis verfälschen, wenn ein Messgerät auf Oberflächeneffekte empfindlich ist (z. B. Ionisationsvakuummeter).

Beispiel 2

An der inneren Oberfläche A_K eines Kugelbehälters, Radius r , Volumen $V = 1 \text{ L}$, sei eine Monoschicht Stickstoff adsorbiert.

$$\text{Auf } A_k = 4\pi r^2 = 4\pi \left(\frac{3}{4\pi} V \right)^{2/3} = 485 \text{ cm}^2$$

befinden sich nach Beispiel 1

$$N_{\text{ad}} = \tilde{n}_{\text{mono}} \cdot A_K = 5 \cdot 10^{17}$$

Stickstoffmoleküle.

Bei deren vollständiger Desorption (z. B. durch Temperatur-Erhöhung) erhält man im Behälter bei Raumtemperatur nach Gl. 19 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ den Stickstoff-Partialdruck

$$p_{\text{N}_2} = \frac{N_{\text{ad}}}{V} \cdot kT = \frac{5 \cdot 10^{17} \cdot 1,4 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot 300 \text{ K}}{10^{-3} \text{ m}^3 \text{ K}} \approx 2 \text{ N m}^{-2} = 2 \text{ Pa}$$

Die Vorgänge bei der Sorption und Ausgasung von Gasen und Dämpfen an Festkörperoberflächen sind sehr komplex. Sie werden hier nur in ihren einfachsten Modellen beschrieben, um ein grundsätzliches Verständnis der vakuumtechnischen Prozesse zu ermöglichen.

2 Adsorptions- und Desorptionskinetik

2.1 Adsorptionsrate

Mit der Gl. 45 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ wird die Teilchenstromdichte des Gases oder Dampfes (Temperatur T) auf die Oberfläche des Adsorbens (Temperatur T_w), wo die Teilchen mit der Haftwahrscheinlichkeit

s haften bleiben, angegeben. Die Haftwahrscheinlichkeit eines Teilchens hängt davon ab, ob es einen freien Adsorptionsplatz auf der Oberfläche findet und, wenn es einen vorfindet, mit welcher Wahrscheinlichkeit es diesen einnehmen wird. Diese Wahrscheinlichkeit wird s_0 genannt. Sie hängt von der Temperatur ab ($s_0(T, T_W)$), insbesondere wenn zur Adsorption eine Aktivierungsenergie überwunden werden muss. Es hat sich jedoch gezeigt, dass dies, außer bei dissoziativer Adsorption, selten der Fall ist bzw. die Temperaturabhängigkeit nur schwach ist. Der Einfachheit halber setzt man daher s_0 temperaturunabhängig, d. h. konstant, an.

$$s = s_0 f(\theta) \quad (3)$$

In der Tab. 2 sind einige Werte von s_0 auf Wolfram bei 300 K aufgelistet.

Die einfachste Annahme der Bedeckungsabhängigkeit von s hat Langmuir in der Weise gemacht, dass Teilchen nur dann adsorbiert werden, wenn sie auf ein noch unbesetztes Flächenstück treffen, d. h., wenn

$$f(\theta) = 1 - \theta \quad (4)$$

wenn keine Dissoziation auftritt. Tritt Dissoziation auf, so müssen alle n Dissoziationspartner einen leeren Platz finden und die Wahrscheinlichkeit sinkt mit der n -ten Potenz von $(1 - \theta)$. Messungen haben jedoch gezeigt, dass s von $\theta = 0$ bis etwa $\theta_c = 0,3\text{--}0,4$ im Gegensatz zur Langmuir'schen Annahme praktisch bedeckungsgradunabhängig ist (Tab. 2). Trotzdem ist die Langmuir'sche Bedeckungsgradabhängigkeit oft eine sehr brauchbare Näherungsformel. Mit der Langmuir'schen Annahme wird die flächenbezogene Adsorptionsrate oder Adsorptionsstromdichte

$$j_{\text{ad}} = s_0(1 - \theta) \frac{nc}{4} \quad (5)$$

2.2 Desorptionsrate

Die an der Oberfläche adsorbierten Adteilchen schwingen mit einer Frequenz der Größenordnung $\nu_0 \approx 10^{13} \text{ s}^{-1}$ bzw. einer Schwingungsdauer $\tau_0 \approx 10^{-13} \text{ s}$. Zur Desorption müssen sie eine kinetische Energie $E_{\text{kin}} \geq E_{\text{des}}$ besitzen. Wenn die

Tab. 2 Haftwahrscheinlichkeiten Haftwahrscheinlichkeit s_0 einiger Gase auf Wolfram bei 300 K. Die genannten Spannen geben die Werte auf verschiedenen ein- und polykristallinen Wolframoberflächen, gemessen von verschiedenen Autoren, wieder. Von $\theta = 0$ bis $\theta = \theta_c$ ist s unabhängig von θ (siehe Gl. 3). Aus [2]

Gasart	s_0	θ_c
H ₂	0,08–0,3	0,26–0,5
CO	0,18–0,97	0,30–0,66
N ₂	0,11–0,55	0,14–0,5
O ₂	0,14–0,15	0,4–0,7

Aktivierungsenergie zur Adsorption Null ist, ist $E_{\text{des}} = E_{\text{ad}}$. Nach Boltzmann erfüllt von \tilde{n} Teilchen der Bruchteil $\Delta\tilde{n} = \tilde{n} \exp(-E_{\text{des}}/RT_W)$ diese Bedingung, so dass die flächenbezogene Desorptionsrate oder Desorptionsstromdichte

$$j_{\text{des}} = \frac{d\tilde{n}}{dt} = -\nu_0 \cdot \Delta\tilde{n} = -\nu_0 \tilde{n} \exp\left(-\frac{E_{\text{des}}}{RT_W}\right) \quad (6)$$

sich als Produkt aus der Anzahl der Teilchen $\Delta\tilde{n}$, die die genügende Energie E_{des} besitzen, und der Häufigkeit ν_0 , mit der sie nach außen schwingen, d. h. sich von der Oberfläche weg bewegen, zusammensetzt. Gl. 6 ist unter dem Namen Polanyi-Wigner Gleichung bekannt. Die Frequenz ν_0 wird abgeschätzt aus dem Gleichsetzen der Energie $\hbar\nu_0$ des harmonischen Oszillators mit der thermischen Energie kT eines Freiheitsgrads:

$$\nu_0 = \frac{kT}{\hbar} \quad (7)$$

Bei $T = 296$ K ist $\nu_0 = 6,2 \cdot 10^{12} \text{s}^{-1} \approx 10^{13} \text{s}$. Unter den Adteilchen wird es welche geben, die lange auf der Oberfläche verweilen, bis sie desorbieren, und solche, die nur eine kurze Verweilzeit haben. Der Mittelwert aus allen Verweilzeiten, die mittlere Verweilzeit τ , errechnet sich aus Gl. 6 zu

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{E_{\text{des}}}{RT_W}\right) \quad (8)$$

Beispiel 3

Die molare Desorptionsenergie E_{des} von H_2O an Edelstahl oder Aluminium ist etwa 96 kJ/mol (siehe auch Tab. 1). Dann beträgt der Exponentialfaktor in Gl. 8 bei Raumtemperatur ($T_W = 300$ K) $\varepsilon = \exp(96 \cdot 10^3 \text{ J/mol}/8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1} \cdot 300 \text{ K}) = 5,2 \cdot 10^{16}$ und bei der Temperatur 500 K $\varepsilon = 1,1 \cdot 10^{10}$.

Nimmt man den Vorfaktor zu $\tau_0 = 10^{-13} \text{ s}$ an, so beträgt die mittlere Verweildauer von Wassermolekülen auf einer Edelstahloberfläche oder Aluminium bei $T_W = 300$ K, $\tau \approx 5200 \text{ s} \approx 1,4 \text{ h}$, bei $T_W = 500$ K, $\tau \approx 1,1 \text{ ms}$.

Die Desorptionsrate berechnet sich nach Gl. 6 zu

$$\begin{aligned} j_{\text{des}} &= -\nu_0 \tilde{n} \exp\left(-\frac{E_{\text{des}}}{RT_W}\right) = -10^{13} \text{ s}^{-1} \cdot 10^{15} \text{ cm}^2 \cdot \exp\left(-\frac{96.000}{8314 \cdot 300}\right) \\ &= 1,9 \cdot 10^{11} \text{ s}^{-1} \text{ cm}^2 \end{aligned}$$

In den üblicheren Druck-Volumen Einheiten ergibt dies:

$$\begin{aligned} q_{pV} &= q_N kT = 1,9 \cdot 10^{-11} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot 1,38 \cdot 10^{23} \text{ J/K} \cdot 300 \text{ K} \\ &= 7,9 \cdot 10^{-10} \text{ Pa m}^3 \text{s}^{-1} \text{ cm}^{-2} = 7,9 \cdot 10^{-9} \text{ mbar l s}^{-1} \text{ cm}^{-2} \end{aligned}$$

Die typische H_2O Desorptionsrate einer nicht ausgeheizten, inneren Vakuumoberfläche beträgt somit $10^{-8} \text{ mbar l s}^{-1} \text{ cm}^{-2}$.

Ist die Oberfläche zur Zeit $t = 0$ mit \tilde{n}_0 Teilchen belegt, so gibt die Integration von Gl. 6 die Teilchenanzahl $\tilde{n}(t)$ zur Zeit t

$$\tilde{n}(t) = \tilde{n}_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad (9)$$

in Analogie zum Gesetz des radioaktiven Zerfalls. Die Zeit, die hiernach benötigt wird, um eine Adsorptionsschicht auf den Bruchteil $f = \tilde{n}(t)/\tilde{n}_0$ ins Vakuum zu desorbieren, ist

$$t = \tau \cdot \ln\left(\frac{1}{f}\right) \quad (10)$$

z. B. für $f = 10^{-6}$ wird $t = 13,8 \tau$.

Gl. 8 und Gl. 9 gelten aber nur dann, wenn kein desorbiertes Teilchen wieder auf der Oberfläche adsorbieren kann. Realisierbar ist dies z. B., wenn die desorbierende Fläche einer Pumpe mit nahezu unendlich großem Saugvermögen gegenübersteht, z. B. einer Kryokondensationspumpe. In der Praxis von geschlossenen Vakuumkammern mit einem Pumpflansch ist die Readsorption jedoch der Normalfall. Dadurch wird die zeitliche Abnahme der adsorbierten Teilchen im System beträchtlich verlangsamt, wie wir im folgenden Abschnitt sehen werden.

Beispiel 4

Auf einer Edelstahlfläche ist eine Monoschicht von H_2O -Molekülen adsorbiert. Wie lange dauert es unter der Annahme, dass keine Re-Adsorption auftritt, bis diese Schicht durch Desorption im Vakuum auf 1 % ($f = 0,01$) abgebaut ist a) bei Zimmertemperatur ($T_w = 300 \text{ K}$), b) bei erhöhter Temperatur ($T_w = 500 \text{ K}$)? Eine Monoschicht H_2O -Moleküle enthält rund $\tilde{n}_0 = 10^{15} \text{ Moleküle/cm}^2$ (siehe Beispiel 1). Die Desorptionsenergie für H_2O auf Edelstahl betrage $E_{\text{des}} = 96 \text{ kJ/mol}$. Gemäß Gl. 10 und Gl. 8 mit $\tau_0 = 10^{-13} \text{ s}$ ergibt sich für

a) $T = 300 \text{ K}$

$$\begin{aligned} t &= \tau \cdot \ln 100 = \tau_0 \cdot \exp\left(\frac{E_{\text{des}}}{RT_w}\right) \cdot \ln 100 \\ &= 10^{-13} \text{ s} \cdot \exp\left(\frac{96 \text{ kJ/mol}}{8,314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 300 \text{ K}}\right) \cdot \ln 100 \\ &= 2,4 \cdot 10^4 \text{ s} = 6,6 \text{ h} \end{aligned}$$

b) $T = 500 \text{ K}$. Die analoge Rechnung ergibt $t = 4,9 \cdot 10^{-3} \text{ s} \approx 5 \text{ ms}$.

Das Beispiel zeigt, dass eine Temperaturerhöhung die Desorption erheblich beschleunigt. Dies gilt auch für die Ausgasung (Abschn. 2.7). Daher wurde der Begriff „Ausheizen“ geprägt.

Tab. 3 gibt für verschiedene Werte der Desorptionsenergie E_{des} und der Oberflächen-(Wand-)temperatur T_W die Größe des Exponentialfaktors und die Verweilzeit für $\tau_0 = 10^{-13}$ s an. Es muss aber darauf hingewiesen werden, dass experimentell auch „Vorfaktoren“ τ_0 im Wertebereich $10^{-4} \text{ s} \geq \tau_0 \geq 10^{-15} \text{ s}$ gefunden worden sind. Messwerte von E_{des} liegen zwischen 0,08 kJ/mol (=0,8 meV, Verdampfungswärme des flüssigen Heliums) und 1040 kJ/mol (=10,8 eV, Adsorption von O₂ an Ti) (siehe auch Tab. 1).

2.3 Hobsons Modell einer Auspumpkurve

Zur Berechnung einer $p(t)$ -Kurve einer Vakuumkammer, d. h. der zeitlichen Druckabnahme in der Kammer, benötigt man eine Beschreibung der physikalischen Vorgänge an der inneren Oberfläche der Kammer und im Volumen.

Gegeben sei eine isotherme Kammer mit der inneren Oberfläche A_S und dem Volumen V , an die eine Vakuumpumpe angeflanscht ist. Die Saugleistung derselben werde durch eine effektive Pumpfläche A_p modelliert. Alle Teilchen, die durch diese hindurch treten, werden abgepumpt. Folglich ist die Zahl der Teilchen, die durch die Pumpe aus dem Volumen entfernt werden $n\bar{c}/4 \cdot A_p$, wobei n die Teilchenzahldichte im Volumen und \bar{c} ihre mittlere thermische Geschwindigkeit ist. Pro Zeiteinheit desorbieren $\tilde{n}/\tau \cdot A_S$ Teilchen von der Oberfläche. Readsorbiert werden $n\bar{c}/4 \cdot s \cdot A_S$. Folgende Gleichungen lassen sich formulieren:

$$V \frac{dn}{dt} = \frac{\tilde{n}}{\tau} A_S - \frac{n\bar{c}}{4} A_p - \frac{n\bar{c}}{4} s A_S \quad (11)$$

Die Änderung der Zahl der Teilchen im Volumen in einer festen Zeiteinheit $V \cdot dn/dt$ ist gleich der Zahl der Teilchen, die in dieser Zeit ins Volumen desorbieren, vermindert um die Zahl der Teilchen, die abgepumpt werden oder readsorbiert.

Auf der Oberfläche gilt:

$$A_S \frac{d\tilde{n}}{dt} = \frac{n\bar{c}}{4} s A_S - \frac{\tilde{n}}{\tau} A_S \quad (12)$$

Die Teilchenzahländerung auf der Oberfläche ist gleich der Zahl der Teilchen, die pro Zeit auf ihr readsorbiert, vermindert um die Zahl der Teilchen, die desorbieren. Aus der letzten Gleichung ist zu erkennen, dass die Nettodesorptionsrate $-A_S d\tilde{n}/dt$ im Allgemeinen von n und damit vom Druck abhängt.

Kombiniert man die Gl. 11 und Gl. 12, erhält man die Differentialgleichung

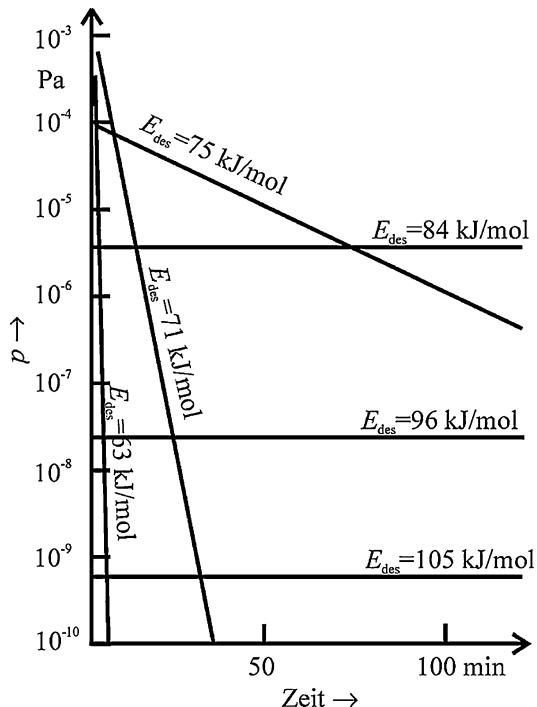
$$\frac{d^2n}{dt^2} + \left(\frac{\bar{c}}{4V} (s A_S + A_p) + \frac{1}{\tau} \right) \frac{dn}{dt} + \frac{\bar{c}}{4V} \frac{A_p}{\tau} n = 0 \quad (13)$$

Hobson [3] hat mit einigen Vereinfachungen Lösungen für den wichtigen Bereich der Desorptionsenergien von 63 kJ/mol–105 kJ/mol für diese Gleichungen

Tab. 3 Exponentielfaktor $\varepsilon = \exp(E_{\text{des}}/RT_w)$ und mittlere Verweilzeit τ nach Gl. 8 mit $\tau_0 = 10^{-13}$ s in Abhangigkeit von der Desorptionsenergie E_{des} und der Temperatur T_w der Festkoerperoberfache (1 Jahr entspricht $3,15 \cdot 10^7$ s)

E_{des}	Kl/ mol	kcal/ mol	$T_w = 77\text{ K}$ (-196°C)			298 K (25°C)			523 K (250°C)			1273 K (1000°C)			2273 K (2000°C)		
			ε	τ/s	ε	τ/s	ε	τ/s	ε	τ/s	ε	τ/s	ε	τ/s	ε	τ/s	
0,004	0,42	0,1	1,93	$2 \cdot 10^{-13}$	$1,18 \cdot 10^{-13}$	$1,2 \cdot 10^{-13}$	$1,10 \cdot 10^{-13}$	$1,1 \cdot 10^{-13}$	$1,04 \cdot 10^{-13}$	$1 \cdot 10^{-13}$	$1,02 \cdot 10^{-13}$	$1,02 \cdot 10^{-13}$	$1 \cdot 10^{-13}$	$1,25 \cdot 10^{-13}$	$1,25 \cdot 10^{-13}$	$1,25 \cdot 10^{-13}$	
0,0436	4,19	1	698	$7 \cdot 10^{-11}$	$5,43 \cdot 10^{-13}$	$5,4 \cdot 10^{-13}$	$2,62 \cdot 10^{-13}$	$2,6 \cdot 10^{-13}$	$1,48 \cdot 10^{-13}$	$1,48 \cdot 10^{-13}$	$1,48 \cdot 10^{-13}$	$1,48 \cdot 10^{-13}$	$1,48 \cdot 10^{-13}$	$1,48 \cdot 10^{-13}$	$1,48 \cdot 10^{-13}$	$1,48 \cdot 10^{-13}$	
0,436	41,9	10	$2,7 \cdot 10^{28}$	$3 \cdot 10^{15}$	$2,2 \cdot 10^{-7}$	$2,2 \cdot 10^{-6}$	$1,5 \cdot 10^4$	$1,5 \cdot 10^{-9}$	$52,5 \cdot 10^{-9}$	$52,5 \cdot 10^{-9}$	$5,3 \cdot 10^{-12}$	$5,3 \cdot 10^{-12}$	$9,19 \cdot 10^{-12}$	$9,19 \cdot 10^{-12}$	$9,19 \cdot 10^{-12}$	$9,19 \cdot 10^{-12}$	$9,19 \cdot 10^{-12}$
2,18	210	50		$6,7 \cdot 10^{-36}$	$6,7 \cdot 10^{23}$	$9,4 \cdot 10^{20}$	$9,4 \cdot 10^7$	$9,4 \cdot 10^7$	$4,2 \cdot 10^8$	$4,2 \cdot 10^8$	$4,2 \cdot 10^8$	$4,2 \cdot 10^8$	$4,2 \cdot 10^8$	$4,2 \cdot 10^8$	$4,2 \cdot 10^8$	$4,2 \cdot 10^8$	
4,36	419	100					$7,1 \cdot 10^{41}$	$7 \cdot 10^{28}$	$1,6 \cdot 10^7$	$1,6 \cdot 10^7$	$1,6 \cdot 10^4$	$1,6 \cdot 10^4$	$4,3 \cdot 10^9$	$4,3 \cdot 10^9$	$4,3 \cdot 10^9$	$4,3 \cdot 10^9$	
6,54	629	150							$6,6 \cdot 10^{25}$	$6,6 \cdot 10^{12}$	$2,9 \cdot 10^{14}$	$2,9 \cdot 10^{14}$	$29 \cdot 10^9$	$29 \cdot 10^9$	$29 \cdot 10^9$	$29 \cdot 10^9$	
13,1	1257	300								$8 \cdot 10^{29}$	$8 \cdot 10^{15}$						

Abb. 5 Der Druck in Abhängigkeit von der Zeit beim Auspumpen eines Vakuumsystems, das mit einer Adsorbschicht mit den angegebenen Desorptionsenergien E_{des} belegt ist. Die Dicke der Schicht beträgt zum Zeitpunkt $t = 0$ eine Monolage. $V = 1 \text{ L}$, $A_S = 100 \text{ cm}^2$, $S = 1 \text{ L/s}$ ($A_p = 0,09 \text{ cm}^2$ für Luft), $T = 295 \text{ K}$ und Desorption erster Ordnung (d. h. keine Dissoziation)



bestimmt. Abb. 5 gibt den Druck in Abhängigkeit von der Zeit in einer Vakuumkammer von $V = 1 \text{ L}$, $A_S = 100 \text{ cm}^2$, $S = 1 \text{ L/s}$ ($A_p = 0,09 \text{ cm}^2$ für Luft), $T = 295 \text{ K}$ und Desorption erster Ordnung (d. h. keine Dissoziation) an. Hobson legte eine druckunabhängige Haftwahrscheinlichkeit zu Grunde, was die Anwendbarkeit seines Modells begrenzt.

Dennoch kann eine wichtige Schlussfolgerung aus dieser Rechnung gezogen werden: Moleküle mit kleinen Desorptionsenergien $\leq 71 \text{ kJ/mol}$ verschwinden sehr schnell aus der Kammer, etwa innerhalb 30 min, und spielen danach keine Rolle mehr. Sehr große Desorptionsenergien $\geq 105 \text{ kJ/mol}$ verhindern das Desorbieren so effektiv, dass die Moleküle zwar bei Zimmertemperatur kaum abgepumpt werden können, aber auch nur sehr geringfügig den Druck erhöhen. Nur im Zwischenbereich von etwa 75 kJ/mol bis 105 kJ/mol tragen die Moleküle längerfristig erheblich zum Druck bei.

Unglücklicherweise für die Vakuumtechnik liegt die Desorptionsenergie von Wasser genau in diesem Bereich. Für H_2O auf rostfreiem Stahl und Aluminium wurden Werte von 80 kJ/mol–104 kJ/mol gemessen (Tab. 1). Das bedeutet, dass beim Auspumpen eines Vakuumsystems nach Belüfteten H_2O die Hauptkomponente ist und dies kann für Tage, sogar Wochen anhalten, wenn nicht die Temperatur (zum Ausheizen) geändert wird.

Bei einem Auspumpvorgang fällt die Nettodesorptionsrate (Desorption minus Readsorption) mit einem Potenzgesetz der Zeit

$$j_{\text{des}} = K \cdot t^{-n} \quad (14)$$

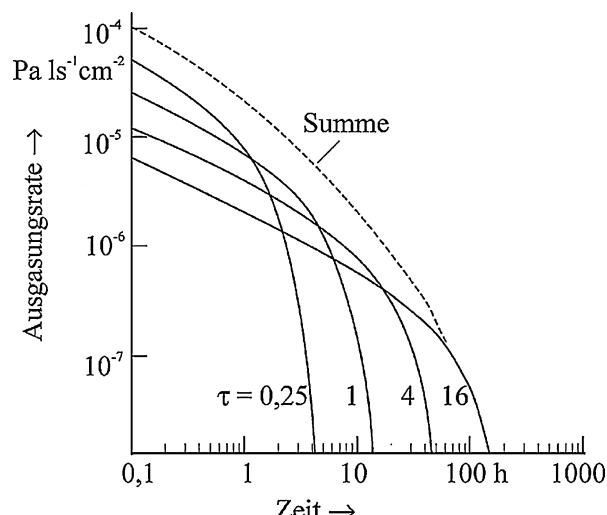
so dass, wenn die Pumpgeschwindigkeit konstant ist, auch der Druck im System einem Potenzgesetz folgt:

$$p = k \cdot t^{-n}. \quad (15)$$

n wurde experimentell zu 0,7–2,0 bestimmt, liegt aber meist im Bereich 0,9–1,3 [4]. Diese Bandbreite signalisiert, dass es nicht nur einen Typ H₂O-Adsorptionsplatz bzw. einen zugehörigen Desorptionsenergiwert gibt. Das ist verständlich, weil eine technische Oberfläche eine sehr komplexe Struktur hat und es unwahrscheinlich ist, dass nur ein einziger Desorptionsenergiwert realisiert wird. In der Tat hat Redhead dieses ungefähre 1/t-Verhalten mit einer Verteilung von Desorptionsenergien erklärt [5].

Es muss jedoch erwähnt werden, dass auch ein anderes Modell zur Erklärung des 1/t-Verhaltens vorgeschlagen wurde: Dayton [6] nahm an, dass sich die Wassermoleküle in kleinen Poren und Kapillaren in der Oxidschicht auf der Metalloberfläche befinden. Beim Auspumpen würden diese Poren langsam durch Diffusion der H₂O-Moleküle entleert werden. Wir werden später in Abschn. 2.7 sehen, dass bei einer diffusionsbestimmten Ausgasung die Ausgasrate und somit der Druck mit $t^{-1/2}$ abfällt, jedoch ein 1/t-Verhalten erklärt werden muss. Dayton schlug vor, dass Durchmesser und Länge der Poren und Kapillaren im Oxid variieren, so dass sich verschiedene Diffusionskoeffizienten errechnen. Er führte eine Zeitkonstante τ für einen Porentyp ein. Wenn die Pumpzeit $> \tau$ ist, folgt die Ausgasrate einem Exponentialgesetz. Bei einer breiten Verteilung von τ jedoch wird die Summenkurve einen 1/t-Verlauf haben (Abb. 6).

Abb. 6 Spezifische Wasserabgasrate einer Vakuumwand nach Dayton [6]. Dabei wurden vier verschiedene effektive Zeitkonstanten τ (0,25 h, 1 h, 4 h, 16 h) entsprechend Gl. 8 zugrunde gelegt. Diese repräsentieren in diesem Fall nicht vier verschiedene Desorptionsenergien (was zum gleichen Ergebnis führen würde), sondern eine Kombination von einer Desorptionsenergie und Diffusionskoeffizienten von vier verschiedenen dimensionierten Kapillaren



2.4 Mono-Schicht-Adsorptionsisothermen

Den Zusammenhang zwischen Druck und Oberflächenbedeckungsgrad θ gibt die sogenannte Adsorptionsisotherme an. Die Anwendung dieser Isotherme ist dann sinnvoll, wenn ein Gleichgewicht zwischen der Ad- und Desorptionsrate herrscht, d. h., es dürfen keine schnellen Druckänderungen oder schnellen Temperaturänderungen auftreten. Kanazawa [7] hat gezeigt, dass für die relativen zeitlichen Druckänderungen

$$\left| \frac{1}{p} \frac{dp}{dt} \right| \ll s \frac{A}{V} \frac{\bar{c}}{4} \quad (16)$$

gelten muss. Hierbei ist V das Volumen des Systems, A dessen innere Oberfläche. Gilt diese Ungleichung, sind die Änderungen „quasistationär“ und der Oberflächenbedeckungsgrad kann den Druckänderungen gemäß der Adsorptionsisotherme folgen.

Beispiel 5

Wie groß darf dp/dt in einer Vakuumkammer von $V = 16,7 \text{ L}$, $A = 4750 \text{ cm}^2$ und $T = 300 \text{ K}$ sein, wenn angenommen wird, dass der Druck $p = 10^{-2} \text{ Pa}$ nur aus Wasserdampf gebildet wird (Abpumpvorgang) und $s = 0,1$? Es muss gelten

$$\frac{dp}{dt} \ll ps \frac{A}{V} \frac{\bar{c}}{4} = 10^{-2} \text{ Pa} \cdot 0,1 \cdot \frac{4750}{16.700} \text{ cm}^{-1} \cdot \frac{59.400}{4} \frac{\text{cm}}{\text{s}} = 4,2 \frac{\text{Pa}}{\text{s}}$$

Bei einem Abpumpvorgang im Fein- und Hochvakuum ist die Druckänderung weit unter dieser Rate, d. h., der Vorgang ist quasistationär.

Im Falle der Annahme von Langmuir für die Bedeckungsabhängigkeit von s muss für die Berechnung der Isothermen die Adsorptionsstromdichte Gl. 5 der Desorptionsstromdichte Gl. 6 gleichgesetzt werden. Aus dieser Gleichsetzung folgt unter Verwendung von Gl. 19 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ für den Zusammenhang zwischen Druck p und Anzahldichte n des Adsorbats die *Langmuir-Adsorptionsisotherme*

$$\theta = \frac{\tilde{n}}{\tilde{n}_{\text{mono}}} = \frac{ap}{1 + ap} \quad (17)$$

mit

$$a = \frac{s_0 \tau_0 \exp\left(\frac{E_{\text{des}}}{RT_W}\right)}{\tilde{n}_{\text{mono}} \sqrt{2\pi M_{\text{molar}} RT}} \quad (18)$$

wobei sowohl τ_0 als auch E_{des} vom Bedeckungsgrad und T_W abhängen können.

Der charakteristische Verlauf dieser Isotherme ist in Abb. 7 dargestellt; für kleine p ($p \ll a^{-1}$) ist $\theta \propto p$. Diese Proportionalität nennt man gelegentlich das Henry'sche

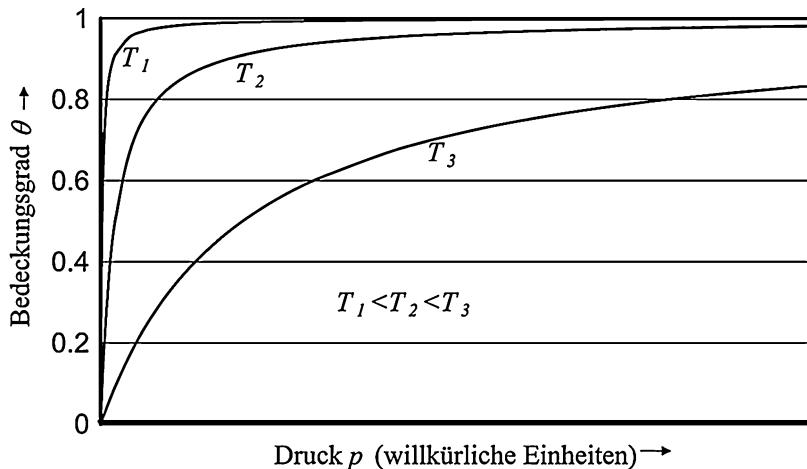


Abb. 7 Langmuir'schen Adsorptionsisotherme $\theta(p)$ nach Gl. 17 für drei verschiedene Temperaturen

Gesetz oder auch die *Henry'sche Adsorptionsisotherme*. Für $p \rightarrow \infty$ geht $\theta \rightarrow 1$, θ kann jedoch nicht > 1 werden. Das heißt, dass unter der von Langmuir gemachten Annahme $s \propto (1 - \theta)$ höchstens eine monoatomare Schicht entstehen kann.

Zusätzlich nahm Langmuir an, dass die Adsorptionsenergie E_{des} unabhängig von θ ist. Freundlich nahm stattdessen an, dass die Adsorptionsenergie exponentiell von θ abhängt.

$$E_{\text{des}} = -E' \ln \theta \quad (19)$$

Diese Annahme modelliert eine heterogene Oberfläche, auf der eine exponentielle Energieabhängigkeit unter den Adsorptionsplätzen herrscht. Dies ergibt die sogenannte Freundlich-Adsorptionsisotherme der Form

$$\theta = kp^\beta \quad (20)$$

wobei k und β Konstanten sind. Die der Freundlich-Isotherme zugrundeliegende Annahme hat den Nachteil, dass $E_{\text{des}} = 0$ für $\theta = 1$ und $E_{\text{des}} \rightarrow \infty$ für $\theta \rightarrow 0$, sie kann somit an diesen Grenzen keine realistische Modellierung der physikalischen Vorgänge sein. Die *Freundlich-Isotherme* ist deswegen nur bei mittleren Bedeckungsgraden sinnvoll anwendbar.

Bei der Temkin-Isothermen wird angenommen, dass die Adsorptionsenergie linear vom Bedeckungsgrad θ abhängt.

$$E_{\text{des}} = E_{\text{des}, \theta=0}(1 - \alpha\theta) \quad (21)$$

$E_{\text{des}, \theta=0}$ gibt die Ad/Desorptionsenergie bei $\theta = 0$ an. α ist eine Konstante. Bei $\theta = 1$ sinkt E_{des} auf $E_{\text{des}, \theta=1} > 0$. Die Verminderung von E_{des} bei zunehmender

Bedeckung kann von abstoßenden Kräften zwischen den adsorbierten Molekülen herrühren. Die Berechnung der Adsorptionsisotherme liefert das Ergebnis [8]

$$\theta = \frac{RT}{E_{\text{des}, \theta=0} - E_{\text{des}, \theta=1}} \ln \left(\frac{1 + \left(\frac{p}{p^*} \right) \exp \left(\frac{E_{\text{des}, \theta=0}}{RT} \right)}{1 + \left(\frac{p}{p^*} \right) \exp \left(\frac{E_{\text{des}, \theta=1}}{RT} \right)} \right) \quad (22)$$

Dabei ist $p^* = \frac{\tilde{n}_{\text{mono}}}{s_0 \tau_0 \sqrt{2\pi M RT}}$.

Abb. 8 zeigt für die drei genannten einfachen Adsorptionsisotherme die Energie-abhängigkeit der Ad/Desorptionsenergie E_{des} von θ und die zugehörigen Dichten ρ der Adsorptionsplätze in Abhängigkeit von E_{des} . Alle diese Adsorptionsisothermen sind jedoch nur für $\theta \leq 1$ anwendbar.

2.5 Mehrschicht-Adsorption und Brunauer-Emmett-Teller-(BET-) Isotherme

In vielen Fällen beobachtet man experimentell bei wachsendem Druck eine Zunahme der Bedeckung über $\theta = 1$ hinaus; das bedeutet, dass auf der chemi- oder physisorbierten Monoschicht weitere – physisorbierte – Schichten aufwachsen. Die einfachste Beschreibung dieses Vorgangs ist diejenige, bei der sich zunächst jede Schicht bis zur vollen Bedeckung komplettiert, d. h., dass *nicht* auf eine schon bestehende n -te Teilschicht ein $(n+1)$ -ter Teil aufzuwachsen beginnt. Die diesbezüglichen Überlegungen stammen von *Brunauer, Emmett und Teller*. Sie gelten – wie die Experimente zeigen – recht gut, solange der Gasdruck p des Adsorptivs klein gegen den Dampfdruck p_S des kondensierten Adsorbats ist.

Während für die erste Schicht die Parameter von Abschn. 2.4 gelten, setzt man für alle weiteren Schichten in Gl. 8 anstelle der Desorptionsenergie E_{des} die Verdampfungswärme Δh und einen anderen Vorfaktor τ' . Durch Summation erhält man dann die *BET-Isotherme*

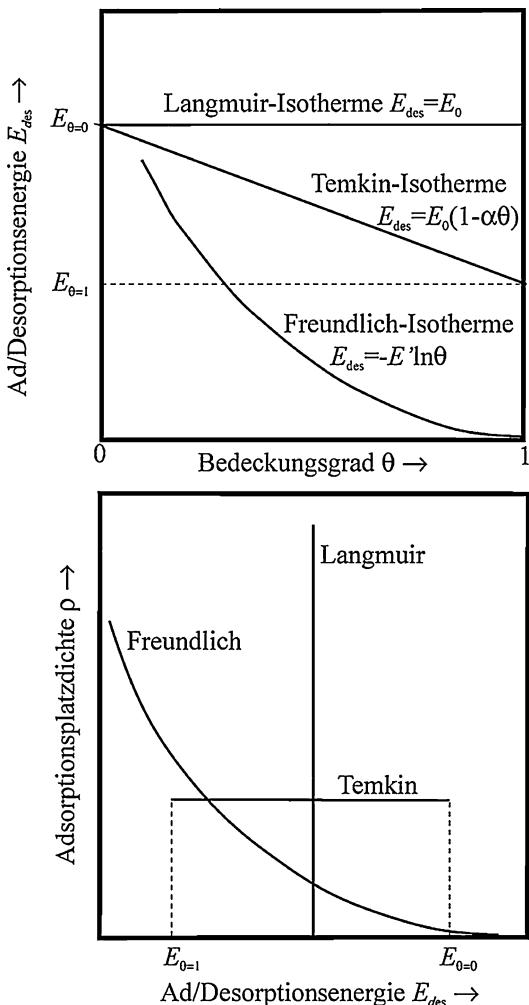
$$\theta_{\text{BET}} = \frac{\frac{p}{p_S} C_{\text{BET}}}{\left(1 - \frac{p}{p_S} \right) \left(1 + (C_{\text{BET}} - 1) \frac{p}{p_S} \right)} \quad (23)$$

Dabei ist

$$C_{\text{BET}} = \frac{\tau_0}{\tau'} \exp \left(\frac{E_{\text{des}} - \Delta h}{RT_W} \right) \quad (24)$$

das Verhältnis der Verweilzeiten auf der ersten „Adschicht“ und der „Kondensschicht“.

Abb. 8 Die für verschiedene Adsorptionsisothermen gemachten Annahmen zur Abhängigkeit der Desorptionsenergie vom Bedeckungsgrad und der Verteilung der Adsorptionsplätze auf die Desorptionsenergien



Gl. (23) ist in Abb. 9 schematisch dargestellt. Für $p \rightarrow p_S$ geht $\theta \rightarrow \infty$, für $p \ll p_S$, ist $\theta_{BET} \propto p$ (Henry-Isotherme). Dazwischen existiert eine Art Langmuir'scher Sättigungsbereich. Wir erwähnten jedoch bereits, dass, wenn $p \rightarrow p_S$ geht, die BET-Isotherme von experimentellen Ergebnissen abweicht. Für $p \rightarrow p_S$ kondensiert in der Praxis nicht beliebig viel Gas; stattdessen gibt es bei kontinuierlich gepumpten Systemen ein Gleichgewichtsdruck p_{eq} [9] und damit verbunden ein θ_{eq} , bei dem der Druck über dem Adsorbat konstant ist. p_{eq} ist etwas kleiner als p_S , weil das Adsorptiv gepumpt wird (p_S ist der Sättigungsdruck in einem abgeschlossenen, nicht gepumpten System). Auch in einem abgeschlossenen System kann nicht beliebig viel Gas kondensieren, weil die eingeschlossene Gasmenge endlich ist. θ_{eq} liegt bei der BET-Isotherme bei einigen 1000, bei anderen Adsorptionsisothermen wie der Frankel-Halsey-Hill-(FHH-) Isotherme bei einigen 100.

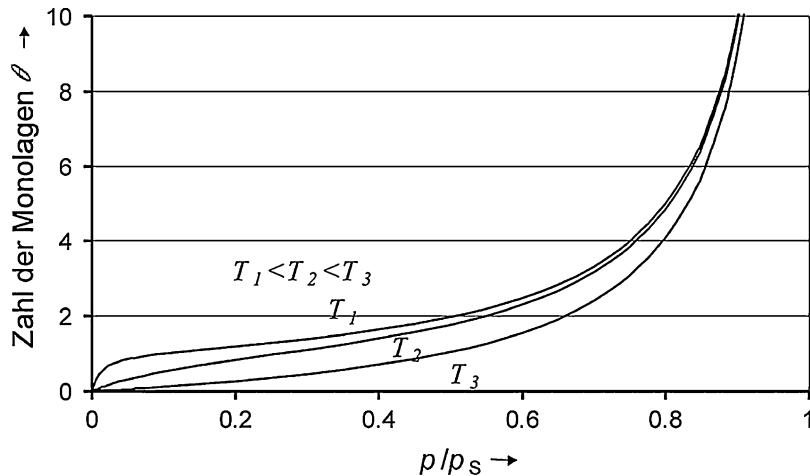


Abb. 9 BET-Adsorptionsisotherme $\theta(p/p_S)$ für drei verschiedene Temperaturen. p_S ist der Sättigungsdruck des kondensierten Adsorbats

Isotherme [10] oder der McMillan-Teller-(MT)-Isotherme [11] zwischen 10 und 100. Gl. 22 wird im Bereich $0,5 > \theta > 2$ auch zur Bestimmung der wahren Oberfläche von Adsorbentien benutzt.

2.6 Mono-Zeit

Um abzuschätzen, welche Zeit bei Oberflächenuntersuchungen zur Verfügung steht, um bei gegebenem Druck mit einer reinen Oberfläche zu experimentieren, hat man den Begriff der „Mono-Zeit“ eingeführt. Das ist diejenige Zeit, in der unter der Annahme, dass alle aus dem Gasraum auf die zu untersuchende Oberfläche treffenden Atome bzw. Moleküle auf der Oberfläche dauernd haften bleiben ($s = 1$), eine Monoschicht entsteht. Für die Mono-Zeit t_{mono} gilt die Gleichung

$$j_{\text{ad}} t_{\text{mono}} = \tilde{n}_{\text{mono}} \quad (25)$$

was unter Verwendung von Gl. 5, der Zustandsgleichung $p = nkT$ (Gl. 19 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) und der Gl. 43 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ für die mittlere Geschwindigkeit der Gasmoleküle in die Form

$$t_{\text{mono}} = \frac{\tilde{n}_{\text{mono}}}{p N_A} \sqrt{\frac{2\pi M_{\text{molar}} RT}{}} \quad (26)$$

gebracht werden kann, oder verkürzt als Zahlenwertgleichung

$$t_{\text{mono}}/\text{s} = 3,8 \cdot 10^{-25} \text{s} \frac{\tilde{n}_{\text{mono}}/\text{m}^2}{p/\text{Pa}} \sqrt{\frac{M_r T/\text{K}}{}}$$

lautet. Verwendet man als Restgas Luft ($M_r \approx 29$) bei $T \approx 300$ K, erhält man die nützliche Abschätzungsformel ($\tilde{n}_{\text{mono}} \approx 10^{15} \text{ cm}^{-2}$)

$$t_{\text{mono}} = \frac{3,6 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}}{p} \text{ s} \quad \text{für Luft.} \quad (27)$$

Tab. 4 gibt einige Werte, auch für andere Gase, an. Soll sich bei der Untersuchung von Oberflächeneigenschaften, z. B. bei der Messung der Elektronenaustrittsarbeit, während der Versuchsdauer t_{ex} die Oberflächenbedeckung θ praktisch nicht ändern, so muss $t_{\text{ex}} = t_{\text{mono}}$, der Druck p also entsprechend niedrig sein (Tab. 4), d. h., es muss in aller Regel Ultrahochvakuumtechnik angewandt werden.

2.7 Absorption, Diffusion und Ausgasung

Adsorbierte Teilchen können ins Innere des Festkörpers hineinwandern, indem sie auf Zwischengitterplätze oder auf Fehlstellen des Gitters springen oder längs der Korngrenzen der Kristallite wandern (praktisch jeder technische Werkstoff ist ein Polykristall). Sie werden absorbiert.

Bei jedem Sprung von einem Platz zum anderen ist eine Platzwechselenergie E_{dif} aufzuwenden, so dass dieser Prozess temperaturabhängig verläuft. Die Gesamtheit der Platzwechselprozesse der Teilchen nennt man *Diffusion*; sie verläuft nach Gl. 41 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ unter dem Einfluss eines Konzentrationsgefälles mit der Teilchenstromdichte (1. Fick'sches Gesetz)

$$j_{\text{dif}} = -D \frac{dn_L}{dx} \quad (28)$$

Dabei ist n_L die Dichte der „gelösten“ (okkludierten, absorbierten) Teilchen und

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{E_{\text{dif}}}{RT}\right) \quad (29)$$

der Diffusionskoeffizient. Wegen der, verglichen mit der Oberfläche, großen Anzahl von Plätzen im Innern eines Festkörpers, auf denen gelöste, eingeschlossene Teilchen sitzen können, kann die absorbierende Gasmenge wesentlich größer als die adsorbierte sein.

Tab. 4 Monozeit t_{mono} in Abhängigkeit vom Gasdruck p für Luft, Wasser und Wasserstoff (bei 300 K, $\tilde{n}_{\text{mono}} \approx 10^{15} \text{ cm}^{-2}$)

p	Pa mbar	100 1	0,1 10^{-3}	10^{-5} 10^{-7}	10^{-7} 10^{-9}	10^{-9} 10^{-11}
t_{mono} (Luft)		$3,6 \cdot 10^{-6} \text{ s}$	$3,6 \cdot 10^{-3} \text{ s}$	36 s	1 h	100 h
t_{mono} (H_2O)		$2,8 \cdot 10^{-6} \text{ s}$	$2,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}$	28 s	47 min	78 h
t_{mono} (H_2)		$9,3 \cdot 10^{-7} \text{ s}$	$9,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}$	9,3 s	16 min	26 h

Der Prozess der Eindiffusion ist beispielsweise im Fall von H₂ und O₂ von technischer Bedeutung: Ta und Nb können als Wasserstoffspeicher benutzt werden, bei zu hohen Konzentrationen tritt bei diesen Metallen jedoch Versprödung auf. Bei der Stahlherstellung werden beträchtliche Mengen an Wasserstoff aus der Atmosphäre im Stahl gelöst. Dieser Wasserstoff diffundiert bei Edelstahl-Vakuum-systemen wieder aus und bildet bei ausgeheizten Systemen im Ultrahochvakuum die Hauptquelle des Restgases.

Wir wollen beispielhaft die Ausgasung eines *dünnen* Blechs betrachten, d. h. eines Blechs, dessen Dicke $2d$ in der x -Koordinate klein gegen seine Länge l und Breite b (y -, z -Koordinate, Fläche $A = l \cdot b$) ist (Abb. 10). Dieses eindimensionale Diffusionsproblem kann mathematisch relativ einfach behandelt werden. Die zeitliche Änderung der Anzahldichte n_L der absorbierten Teilchen ist dann (2. Fick'sches Gesetz)

$$\frac{\partial n_L}{\partial t} = D \frac{\partial^2 n_L}{\partial x^2} \quad (30)$$

Von der Herstellung her sei zu Beginn der Diffusion, also zur Zeit $t = 0$, im ganzen Blech die gleiche Anzahldichte $n_{L,0}$ vorhanden. Zur Zeit $t = 0$ werde durch Erhöhung der Temperatur der Diffusionsvorgang „eingeschaltet“ (alternativ sei vor

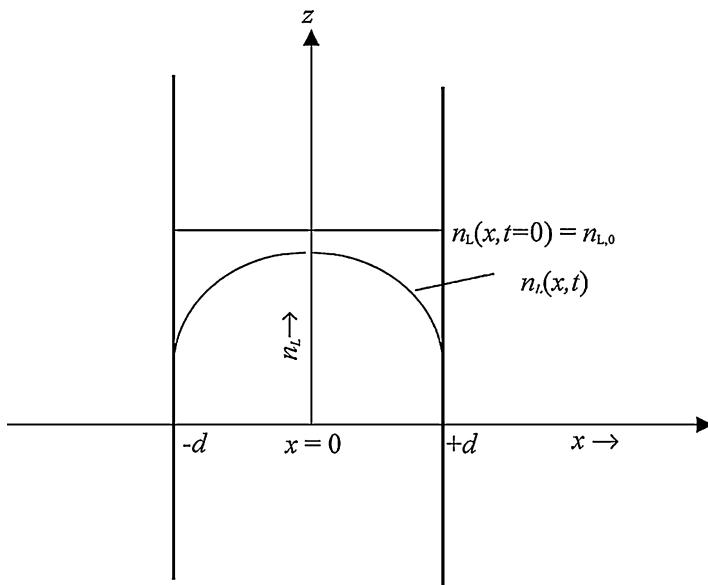


Abb. 10 Zur Ausgasung eines dünnen Blechs der Dicke $2d$. Zum Zeitpunkt $t = 0$ ist das Absorbat (Gas) homogen im Festkörper gelöst (Teilchendichte $n_{L,0}$) und im Gleichgewicht mit dem Außenraum. Danach wird das Blech auf beiden Seiten gepumpt, wodurch sich ein symmetrisches Sinus-Halbwellenprofil ausbildet

$t = 0$ das Gas im Gleichgewicht mit dem Außenraum, danach wird der Außenraum evakuiert). Es fließt ein Diffusionsstrom $j_{\text{dif}} \cdot A$ (Gl. 28) symmetrisch nach beiden Seiten aus dem Blech heraus und es stellt sich eine zeitlich absinkende Dichteverteilung $n_L(x, t)$ ein. Die Randbedingung, dass

$$n_L(\pm d) = 0 \text{ für } t > 0 \quad (31)$$

besagt, dass der Prozess der Desorption wesentlich schneller abläuft als der der Diffusion, so dass die Oberfläche im Wesentlichen immer frei ist von den an die Oberfläche diffundierenden Molekülen. Unter dieser Annahme und der Anfangsbedingung

$$n_L(x) = n_{L,0} \text{ für } t = 0 \quad (32)$$

lautet die Lösung der Diffusionsgleichung Gl. 30 an den Oberflächen [12]

$$j_{\text{dif}}(x = \pm d) = \frac{2D}{d} n_{L,0} \sum_{i=0}^{\infty} \exp\left(-\frac{(2i+1)^2 \pi^2 D t}{4d^2}\right) \quad (33)$$

Die Größe

$$t_{\text{aus}} = \frac{4d^2}{\pi^2 D} \quad (34)$$

im Argument der Exponentialfunktion ist eine die Ausgasung charakterisierende Zeitkonstante.

Beispiel 6

Berechne t_{aus} von Wasserstoff für ein Edelstahlblech der Dicke 2 $d = 2 \text{ mm}$ bei 296 K und bei 550 K (typische Ausheiztemperatur). Der Diffusionskoeffizient ist durch Gl. 29 gegeben. D_0 beträgt für Edelstahl $0,012 \text{ cm}^2/\text{s}$, E_{dif} gemäß Tab. 5 56 kJ/mol. Bei Raumtemperatur 296 K ist

Tab. 5 Diffusionskonstante D , Ausgasungszeitkonstante t_{aus} und Ausgasungszeit t für verschiedene Ausgasungsgrade nach dem reinen Diffusionsmodell für Wasserstoff in einem Edelstahlblech der Dicke $2d = 2 \text{ mm}$. $D_0 = 0,012 \text{ cm}^2/\text{s}$, $E_{\text{dif}} = 56 \text{ kJ/mol}$ [13, 14] (Gl. 29)

T in K	$D(T)$ in cm^2/s	t_{aus} in s	$f = 0,1$			t
			t/s	t	t /s	
296 K	$1,6 \cdot 10^{-12}$	$2,6 \cdot 10^9$	$5,4 \cdot 10^9$	170 a	$3,5 \cdot 10^{10}$	1100 a
500 K	$1,7 \cdot 10^{-8}$	$2,4 \cdot 10^5$	$5,0 \cdot 10^5$	6 d	$3,3 \cdot 10^6$	38 d
823 K	$3,4 \cdot 10^{-6}$	$1,2 \cdot 10^3$	$2,5 \cdot 10^3$	42 min	$1,6 \cdot 10^4$	4,4 h
1223 K	$4,9 \cdot 10^{-5}$	83	174	3 min	$1,1 \cdot 10^3$	19 min
	Gl. 29	Gl. 34	Gl. 40	Gl. 40	Gl. 40	Gl. 40

$$D = 0,012 \text{ cm}^2/\text{s} \cdot \exp\left(-\frac{56 \text{ kJ/mol}}{8,314 \frac{\text{kJ}}{\text{kmol K}} \cdot 296 \text{ K}}\right) = 1,57 \cdot 10^{-12} \frac{\text{cm}^2}{\text{s}}$$

Somit ist

$$t_{\text{aus}} = \frac{4 \cdot (0,1 \text{ cm})^2}{\pi^2 \cdot 1,57 \cdot 10^{-12} \text{ cm}^2/\text{s}} = 2,58 \cdot 10^9 \text{ s} = 81,9 \text{ a}$$

Die analoge Rechnung für 550 K ergibt $D = 5,76 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{s}$ und $t_{\text{aus}} = 7,03 \cdot 10^4 \text{ s} = 19,5 \text{ h}$.

Die Zeitkonstante t_{aus} ist temperaturabhängig, weil D von der Temperatur abhängt. Für $t \ll t_{\text{aus}}$ machen die Summenglieder mit $i \geq 1$ weniger als 2 % aus, so dass in diesem Fall gilt

$$j_{\text{dif}}(x = \pm d) = \frac{2D}{d} n_{L,0} \exp\left(-\frac{\pi^2 D}{4d^2} t\right) = j_0 \exp\left(-\frac{t}{t_{\text{aus}}}\right) \quad (35)$$

Für $t \ll 0,5 t_{\text{aus}}$ kann man statt Gl. 33 näherungsweise die einfache Formel

$$j_{\text{dif}} = \frac{2D}{d} n_{L,0} \sqrt{\frac{\pi}{16} \cdot \frac{t_{\text{aus}}}{t}} = j_0 \sqrt{\frac{\pi}{16} \cdot \frac{t_{\text{aus}}}{t}} \quad (36)$$

verwenden. Wertbestimmend ist in den letzten beiden Gleichungen die Konstante

$$j_0 = \frac{2D}{d} \cdot n_{L,0} \quad (37)$$

Beispiel 7

Berechne den Ausgasungsstrom von Wasserstoff in Pa L/s für ein Edelstahlblech der Dicke $d = 2 \text{ mm}$ bei 296 K nach $t = 10^7 \text{ s}$ (116 Tage). Aus Beispiel 6 ist zu folgern, dass $t \ll t_{\text{aus}}$, so dass Gl. 36 anwendbar ist. $n_{L,0}$ beträgt typischerweise 40 Pa L/cm³. Aus Gl. 37 folgt

$$j_0(296 \text{ K}) = \frac{2 \cdot 1,57 \cdot 10^{-12} \text{ cm}^2/\text{s}}{0,1 \text{ cm}} \cdot 40 \text{ Pa L/cm}^3 = 1,26 \cdot 10^{-9} \frac{\text{Pa L}}{\text{s cm}^2}$$

Somit beträgt der Ausgasungsstrom $j_{\text{dif}} = 1,26 \cdot 10^{-9} \frac{\text{Pa L}}{\text{s cm}^2} \sqrt{\frac{\pi}{16} \cdot \frac{2,58 \cdot 10^9}{10^7}} = 8,9 \cdot 10^{-9} \frac{\text{Pa L}}{\text{s cm}^2}$

Beispiel 8

Berechne den Druck in einer Vakuumkammer aus Edelstahlblech nach Beispiel 7 mit einer inneren Oberfläche von 10.000 cm², die durch eine Pumpe mit 100 L/s

gepumpt wird. Der gesamte Ausgasungsstrom beträgt $q_{pV} = j_{\text{dif}} A = 8,9 \cdot 10^{-5}$ Pa L/s. Der Gleichgewichtsdruck berechnet sich aus

$$p = \frac{q_{pV}}{S} = \frac{8,9 \cdot 10^{-5} \text{ PaL/s}}{100 \text{ L/s}} = 8,9 \cdot 10^{-7} \text{ Pa}$$

Es kann somit erwartet werden, dass ein nie ausgeheiztes Vakuumsystem aus Edelstahl der Dicke 2 mm einen Wasserstoffpartialdruck der Größenordnung 10^{-6} Pa (10^{-8} mbar) aufweist.

Die Diffusionsstromdichte nimmt also unter den gemachten Anfangs- und Randbedingungen zunächst nach einem komplizierten (Gl. 33), später nach einem einfachen (Gl. 35) Exponentialgesetz ab.

Oft wird eine Vakuumkammer zum Zwecke der Desorption vorher adsorbiert Moleküle ausgeheizt und somit das Material vorübergehend höherer Temperatur ausgesetzt. Da der Diffusionskoeffizient sehr stark mit der Temperatur zunimmt, bestimmt diese höhere Temperatur das Konzentrationsprofil des gelösten Stoffes, das dann bei der niedrigeren Raumtemperatur erhalten bleibt. Wenn mit t_1 die Dauer der Ausheizzeit bezeichnet wird, so gilt für $t_1 t_{\text{aus}}$ (dies ist in der Regel der Fall, siehe Beispiel 6)

$$j_{\text{dif}} = \frac{2D_r}{d} n_{L,0} \exp\left(-\frac{\pi^2 D_1 t_1}{4d^2}\right), \quad (38)$$

wenn D_r den Diffusionskoeffizienten bei Raumtemperatur und D_1 den bei der Ausheiztemperatur bezeichnet.

Beispiel 9

Berechne j_{dif} bei 296 K für ein Edelstahlblech der Dicke $2d = 2$ mm, wenn dieses zuvor bei 550 K für $t_1 = 24$ h ausgeheizt wurde. Beispiel 6 zeigt, dass gilt $t_1 t_{\text{aus}}$, somit Gl. 38 anwendbar ist. Der Vorfaktor in Gl. 37 entspricht j_0 in Beispiel 7. Somit ist (für D_1 siehe Beispiel 6)

$$\begin{aligned} j_{\text{dif}} &= 1,26 \cdot 10^{-9} \frac{\text{PaL}}{\text{s cm}^2} \exp\left(-\frac{\pi^2 \cdot 5,76 \cdot 10^{-8} \frac{\text{cm}^2}{\text{s}} \cdot 8,64 \cdot 10^4 \text{ s}}{4 \cdot (0,1 \text{ cm})^2}\right) \\ &= 3,69 \cdot 10^{-10} \frac{\text{PaL}}{\text{s cm}^2} \end{aligned}$$

Vergleicht man diesen Wert mit dem aus Beispiel 7, erkennt man, dass dieses Ausheizen den Ausgasungsstrom bereits um etwa einen Faktor 25 reduziert.

Gl. 33 gestattet, die relative Zahl der gelösten Teilchen im Blech im Vergleich zum Beginn der Ausgasung zu berechnen. In einem Blech der Fläche A sitzen zu Beginn der Ausgasung $N_0 = 2d A n_{L,0}$ Teilchen. Nach der Zeit t sind

$$\Delta N = 2 \int_0^t A j_{\text{dif}} dt \quad (39)$$

Teilchen nach beiden Seiten herausdiffundiert. Die Integration der Gl. 39 von t bis ∞ gibt den Restgasgehalt $N(t)$ nach einer Ausgasungszeit t und damit den *Ausgasungsgrad*

$$f = \frac{N(t)}{N_0} = \frac{8}{\pi^2} \left(e^{-\zeta} + \frac{e^{-9\zeta}}{9} + \frac{e^{-25\zeta}}{25} + \dots \right), \quad (40)$$

wobei $\zeta = t/t_a$ gesetzt wurde; für $\zeta = 1$, also $t = t_a$, wird $f = 0,3$; dabei sind die höheren Glieder der Reihe bereits vernachlässigbar. Für $f < 0,3$ kann man dabei die einfache Beziehung

$$t/t_a = \ln \left(\frac{8}{\pi^2 f} \right) \quad (41)$$

zur Berechnung der Ausgasungszeit t benutzen. Tab. 5 gibt einige Werte für den Fall Wasserstoff in einem Edelstahlblech von 2 mm Dicke an.

Es muss jedoch darauf hingewiesen werden, dass die obigen Gleichungen nur unter den angegebenen, idealisierten Bedingungen gelten. Insbesondere wird die Annahme gemacht, dass die Desorption von der Oberfläche sehr viel schneller abläuft als die Diffusion. Das Wasserstoffatom, welches zur Oberfläche gelangt, braucht ein weiteres Wasserstoffatom, um ein Molekül zu bilden und desorbieren zu können. Das bedeutet, dass die Annahme, dass $n_{L,0}(\pm d) = 0$ (Gl. 31) nicht zutreffen kann, denn dann wäre auch die Wahrscheinlichkeit, dass sich zwei H-Atome „finden“, Null. Vielmehr wird auf der Oberfläche die Zahl der Atome so lange akkumulieren, bis die Rekombinationsrate zweier Wasserstoffatome zu einem Molekül gleich der Diffusionsrate zur Oberfläche ist. Moore [15] hat dies numerisch berechnet und folgende Resultate erhalten.

Abb. 11 zeigt das Konzentrationsprofil der H-Atome im Querschnitt eines unendlich ausgedehnten, 1,9 mm dicken Edelstahlblechs während des Entgasens bei 950 °C in einem Vakuumofen („Vacuum firing“). Die Zahlen stellen die Dauer der Ausheizzeit in s dar. Durch die nun von Null verschiedene Konzentration auf der Oberfläche ($n_L(\pm d) \neq 0$), gibt es eine erhebliche Abweichung vom rein diffusionsbestimmten Konzentrationsprofil. Mit zunehmender Dauer nähert sich die Funktion von n_L einer Sinus-Halbwelle plus einer Konstante anstatt einer reinen Sinus-Halbwelle wie beim diffusionsbestimmten Modell. Die Sinuskomponente sinkt mit zunehmender Zeitdauer, bis die Konzentration nach 2000 s nahezu homogen ist. Nach dieser Zeit ist die Ausgasung durch die Rekombinationsrate begrenzt, während die Diffusion schnell genug abläuft, um jeweils zwei rekombinierte Wasserstoffatome sofort zu ersetzen. Die Rekombinationsrate j_{rek} ist proportional zum Quadrat der Dichte der Oberflächenatome n_S . Die Proportionalitätskonstante wird K_{rek} genannt.

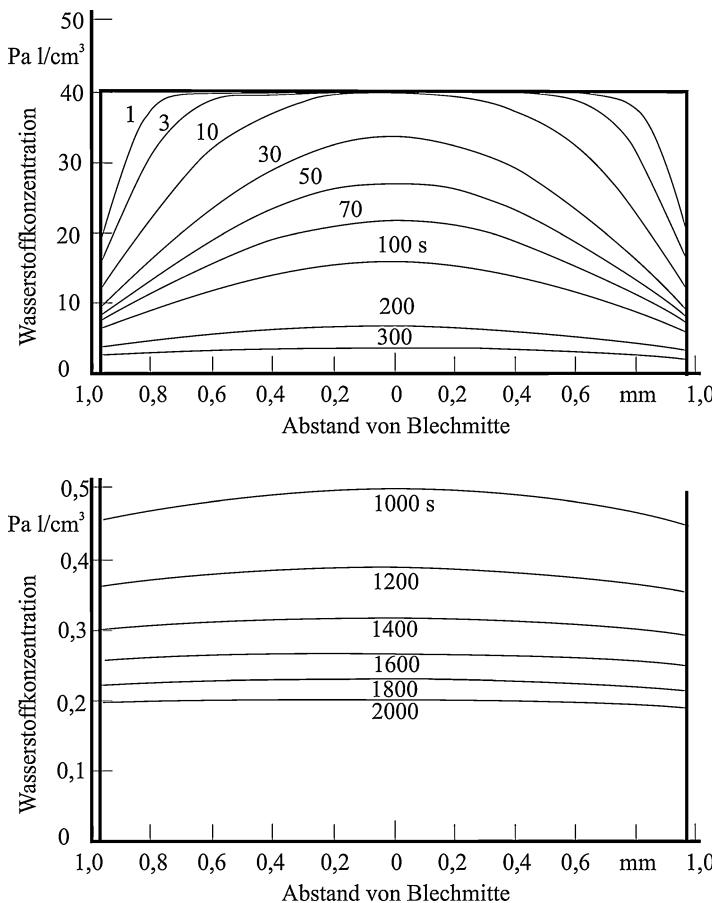


Abb. 11 Die berechnete Wasserstoffkonzentration (Anfangswert zum Zeitpunkt $t = 0$: $40 \text{ Pa L}/\text{cm}^3$) in einem Blech der Dicke $1,9 \text{ mm}$ in Abhängigkeit von der Zeit nach dem Rekombinationsmodell von Moore [15]. Das Blech wird beiderseitig gepumpt bei 950°C . Man beachte, dass die untere Ordinaten Skala um einen Faktor 100 gestreckt ist. Daten aus [15]

$$j_{\text{rek}} = K_{\text{rek}} n_S^2 \quad (42)$$

Durch Anpassung seines Modells an experimentelle Werte bestimmte Moore [15] $K_{\text{rek}} = 3 \cdot 10^{-22} \text{ cm}^2/\text{s}$ bei 950°C und $K_{\text{rek}} = 1,14 \cdot 10^{-27} \text{ cm}^2/\text{s}$ bei 25°C .

Beim rekombinationsbestimmten Modell der Ausgasung ist die berechnete Ausgasung bei Zimmertemperatur nach einer Hochtemperatur-Entgasung im Vakuum („vacuum firing“) von 1 h bis 2 h um viele Größenordnungen über der nach dem diffusionsbestimmten Modell berechneten, so dass sehr viel längere Entgasungszeiten erforderlich sind, um die gleichen Ausgasraten zu erreichen.

Wenn die Ausgasung von Wasserstoff durch die Rekombinationsrate bestimmt wird, ist zu erwarten, dass auch die Oberflächenrauigkeit, die die Oberflächendiffu-

sion beeinflusst, die effektive Wasserstoffdesorptionsenergie beeinflusst. Dies wurde in einem Experiment von Chun [16] gezeigt.

Oberflächenuntersuchungen von Edelstahl durch Leisch [17, 18] haben allerdings ergeben, dass sich nach einem Vakuumglühen die Korngrenzen deutlicher ausprägen und vertiefen, während die Oberflächen der Körner glatter werden (Abb. 12). Mit der Vertiefung der Korngrenzen geht eine deutliche Zunahme der aktiven Plätze für Adsorption und Rekombination einher. Auch auf den glatter werdenden Kornoberflächen bilden sich Terrassen, die an den Stufen viele Adsorptionsplätze bieten. Ebenso begünstigt die chemische Zusammensetzung der geglühten Oberfläche (Nickelanreicherung gegenüber Eisen) die Rekombination. Leisch [17, 18] schätzt, dass auf 100 nm^2 Oberfläche 50 Plätze zur Rekombination zur Verfügung stehen. Somit ist zumindest für den Fall vakuumgeglühten Edelstahls die Annahme, dass die Desorption schneller abläuft als die Diffusion im Festkörper, gerechtfertigt.

3 Permeation

Im vorangegangenen Abschnitt haben wir als Randbedingung für die Berechnung der Ausgasung angenommen, dass $n_L(d) = n_L(-d)$, d. h., dass auf beiden Oberflächenseiten der Vakuumwand gleiche Bedingungen herrschen. Wenn jedoch die äußere Oberfläche einer Vakuumwand der Luft ausgesetzt ist, die innere aber dem Vakuum, stellt sich die Frage, ob Bestandteile der Luft oder eines anderen

Abb. 12 STM-Aufnahme einer vakuumgeglühten Edelstahloberfläche mit (111)-Terrassen und dazwischenliegenden Stufen. Der Ausschnitt zeigt eine Fläche von etwa $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$. Mit freundlicher Genehmigung von M. Leisch, Universität Graz



umgebenden Gases die Gefäßwand durchdringen und in das Vakuum gelangen können. Man spricht von Permeation. Dieser Vorgang besteht aus drei Schritten (Abb. 13):

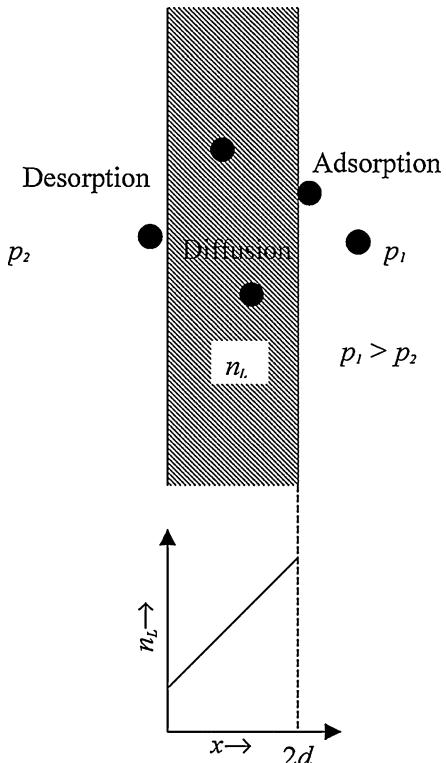
- Adsorption eines Moleküls auf der Außenseite (Allgemein: Hochdruckseite)
- Diffusion durch das Material
- Desorption auf der Innenseite (Niederdruckseite)

Es bezeichne p_1 den Druck des permeierenden Gases auf der Hochdruckseite, p_2 den Druck auf der Niederdruckseite und $2d$ die Dicke des Materials. Wenn die Diffusion der die Permeation bestimmende Schritt ist, hängt der Permeationsstrom j_{perm} von der Kinetik der beteiligten Moleküle ab. Unter stationären Bedingungen gilt

$$j_{\text{perm}} = K_{\text{perm}} \frac{1}{2d} (p_1 - p_2) \quad (43)$$

wenn die Gasmoleküle auf dem betreffenden Material nicht dissoziieren (z. B. N₂, O₂, H₂O auf vielen Materialien) bzw.

Abb. 13 Darstellung der Vorgänge bei der Permeation. Auf der Hochdruckseite p_1 , rechts, adsorbiert (netto) Gas, diffundiert durch den Festkörper und desorbiert (netto) auf der Niederdruckseite p_2 , links. Im Gleichgewicht bildet sich ein linearer Konzentrationsgradient im Festkörper aus, weil die Gasflussdichte überall gleich sein muss



$$j_{\text{perm}} = K'_{\text{perm}} \frac{1}{2d} (p_1^{0,5} - p_2^{0,5}) \quad (44)$$

wenn ein zweiatomiges Molekül dissoziiert (z. B. H₂ auf Edelstahl). Zwischen den beiden Oberflächen stellt sich im stationären Zustand ein lineares Konzentrationsprofil ein (Abb. 13).

Die Konstante K_{perm} ist charakteristisch für jede Molekül/Material-Kombination und ist stark temperaturabhängig. K_{perm} ist das Produkt aus der Löslichkeit K_S und der Diffusionskonstante D .

$$K_{\text{perm}} = K_S D \quad (45)$$

Die Löslichkeit K_S beschreibt die Fähigkeit eines Stoffes, ein bestimmtes (Gas-) Teilchen (Atom oder Molekül) aus der Umgebung aufzunehmen. An der Grenzfläche des Stoffes zur Umgebung wird es einen Konzentrationssprung der betreffenden Teilchenart geben. K_S besitzt wie D eine exponentielle Temperaturabhängigkeit:

$$K_S = K_{S0} \exp\left(-\frac{E_S}{RT}\right) \quad (46)$$

K_{S0} ist die Löslichkeit für $T \rightarrow \infty$, E_S die Lösungsenthalpie des Moleküls. K_S beschreibt bei höheren Dichten (Drücken) im thermodynamischen Gleichgewicht den Konzentrationssprung

$$\frac{K_S}{K_{S0}} = \frac{n_i}{n_a} \quad (n_i \text{ Teilchendichte innen, } n_a \text{ außen}) \quad (47)$$

an der Grenzfläche des Stoffes.

Beispiel 10

Wie groß ist unter der Annahme, dass die Diffusion ratenbestimmend ist, die stationäre Permeationsrate von Wasserstoff aus der Luft (Partialdruck $p_{\text{H}_2} = 0,01 \text{ Pa}$) in ein Hochvakuumgefäß aus Edelstahl der Dicke $2d = 2 \text{ mm}$ bei 23°C ? Nach Louthan [19] ist

$$K'_{\text{perm}} = 6 \cdot 10^{-2} \frac{\text{PaL}}{\text{s cm Pa}^{1/2}} \cdot \exp\left(-\frac{59,9 \text{ kJ/mol}}{RT}\right) = 1,61 \cdot 10^{-12} \frac{\text{PaL}}{\text{s cm Pa}^{1/2}}$$

Der Druck p_2 in der Vakuumkammer sei vernachlässigbar $p_2 = 0,01 \text{ Pa}$.

Es ist (Gl. 44)

$$j_{\text{perm}} = 1,61 \cdot 10^{-12} \frac{\text{PaL}}{\text{s cm Pa}^{1/2}} \cdot \frac{1}{0,2 \text{ cm}} \sqrt{10^{-2} \text{ Pa}} = 8,06 \cdot 10^{-13} \frac{\text{PaL}}{\text{s cm}^2}$$

Dies ist, verglichen mit üblichen Ausgasraten, ein sehr kleiner Gasstrom (vgl. Ergebnis aus Beispiel 9). Die Permeation liefert also nur bei sehr speziell präparierten und sehr dünnen Edelstahlblechen einen merklichen Beitrag zum Restdruck. Darüber hinaus ist zu berücksichtigen, dass die Oxidschichten auf den Oberflächen oft als Diffusions sperren für Wasserstoff agieren und den Permeationsstrom zusätzlich behindern.

Ist die Permeation dagegen durch die Sorptionsvorgänge bestimmt, gilt [20]

$$j_{\text{perm}} = \frac{s}{\sqrt{2\pi mkT}} (p_1 - p_2). \quad (48)$$

Literatur

1. A. Venema, *Processes limiting the ultimate pressure in ultra high vacuum systems*, Trans 8th AVS Vac. Symp. 1–7 (1961)
2. Redhead, P.A., Hobson, J.P., Kornelson, E.V.: The physical basis of ultrahigh vacuum, S. 68. Chapman and Hall, London (1968)
3. Hobson, J.P.: Trans. 8th AVS Vac. Symp. 26 (1961)
4. Dylla, H.F., Manos, D.M., LaMarche, P.H., Vac. J.: Sci. Technol. A **11**, 2623–2633 (1993)
5. Redhead, P.A.: Modeling the pump-down of a reversibly adsorbed phase I. Monolayer and submonolayer initial coverage. J. Vac. Sci. Technol. A **13**, 467–475 (1995)
6. Dayton, B.B.: Outgassing rate of contaminated metal surfaces, Trans 8th AVS Vac. Symp. 42–57 (1961)
7. Kanazawa, K.: J. Vac. Sci. Technol. A **7**, 3361 (1989)
8. Hayward, D.O., Trapnell, B.M.W.: Chemisorption. Butterworth, London (1964)
9. Redhead, P.A.: Modeling the pump-down of a reversibly adsorbed phase II. Multilayer coverage. J. Vac. Sci. Technol. A **13**(6), 2791–2796 (1995)
10. Halsey Jr., G.D.: J. Chem. Phys. **16**, 931 (1948)
11. McMillan, W.G., Teller, E.: J. Chem. Phys. **19**, 25 (1951)
12. Calder, R., Lewin, G.: Reduction of stainless steel outgassing in ultra-high vacuum. Brit. J. Appl. Phys. **18**, 1459–1472 (1967)
13. Bacher, J.-P., Benvenuti, C., Chiggiato, P., Reinert, M.-P., Sgobba, S., Brass, A.M.: Thermal desorption study of selected austenitic stainless steels. J. Vac. Sci. Technol A **21**, 167–174 (2003)
14. Grant, D.M., Cummings, D.L., Blackburn, D.A.: Hydrogen in 316 steel – diffusion, permeation and surface reactions. J. Nucl. Mater. **152**, 139 (1988)
15. Moore, B.C.: Recombination limited outgassing of stainless steel. J. Vac. Sci. Technol. A **13**, 545–548 (1995)
16. Chun, I., Cho, B., Chung, S.: J. Vac. Sci. Technol. A **14**, 2636 (1996)
17. Leisch, M.: Surface morphology, surface composition and outgassing behaviour of vacuum fired stainless steel. J. Phys.: Conf. Ser. **100**, 092003, 6 Seiten (2008)
18. Stupnik, A., Frank, P., Leisch, M.: Atom probe, AFM and STM studies on vacuum fired stainless steels. Ultramicroscopy **109**, 563–567 (2009)
19. Louthan, M.R., Derrick, R.G.: Hydrogen transport in austenitic stainless steel. Corros. Sci. **15**, 565–577 (1975)
20. Nemanic, V., Bogataj, T.: Outgassing of thin stainless steel chamber. Vacuum **50**, 431–437 (1998)

Weiterführende Literatur

- Hauffe, K., Morrison, S.R.: Adsorption. Walter de Gruyter, Berlin/New York (1974)
- Wedler, G.: Adsorption. Chem. Taschenbuch Nr. 9, Verlag Chemie, Weinheim (1970)
- Mikchail, R.S., Robens, E.: Microstructure and Thermal Analysis of Solid Surfaces. Wiley, Chichester (1983)
- Prutton, M.: Surface physics. Oxford Physics Series 11. 2. Aufl. Clarendon Press, Oxford (1983)
- Redhead, P.A., Hobson, J.P., Kornelsen, E.V.: The physical basis of ultrahigh vacuum, Chapman and Hall Ltd, London. Dieses Buch wurde vor einigen Jahren von der Amerikanischen Vakuumgesellschaft nachgedruckt (1968)
- Benard, J. (Hrsg.): Adsorption on Metal Surfaces. Elsevier Scientific Publishing Comp, Amsterdam/Oxford/New York (1983)
- Zangwill, A.: Physics at Surfaces. Cambridge University Press, Cambridge (1988)



Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen und Grundlagen der Verdrängervakuumpumpen 12

Karl Jousten

Zusammenfassung

Der technisch realisierte Druckbereich im Vakuum von 15 Dekaden erfordert sehr verschiedene Pumpentypen, die in diesem Kapitel eingeteilt werden. Verdrängerpumpen fördern das abzupumpende Gas, indem sie es in einem Volumen einschließen, verdichten und ausstoßen. Die Arten von Verdrängerpumpen teilen sich in Oszillations- und ein- oder zweiwellige Rotationsverdrängerpumpen auf. Verdrängerpumpen werden im Grob- und Feinvakumbereich oder als Vorpulse von Hochvakuumpumpen verwendet. In diesem Bereich spielt die Wasserdampfverträglichkeit der Pumpen eine große Rolle.

1 Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen

Es ist mit Vakuumpumpen möglich, den Druckbereich von 10^{-10} Pa bis 10^5 Pa (Atmosphärendruck) in einer Vakuumkammer bei Raumtemperatur abzudecken.

Abb. 1 gibt einen Überblick und eine Einteilung der heute verwendeten Vakuumpumpen. Zunächst unterscheidet man gasfördernde Pumpen und gasbindende Pumpen. Erstere fördern das Gas *durch* die Pumpe, letztere speichern es *in* der Pumpe.

Die Gruppe der gasfördernden Vakuumpumpen teilt man in die der Verdrängerpumpen und die der kinetischen Pumpen. Verdrängervakuumpumpen schließen das abzupumpende Gas in einem Volumen ein, verdichten es durch eine Verkleinerung des Volumens und stoßen es dann unter höherem Druck aus. Kinetische Pumpen geben jedem Gasteilchen eine zusätzliche Geschwindigkeitskomponente in Pumprichtung, so dass es einen Nettofluss zum Pumpausgang gibt. Mechanisch arbeitende

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

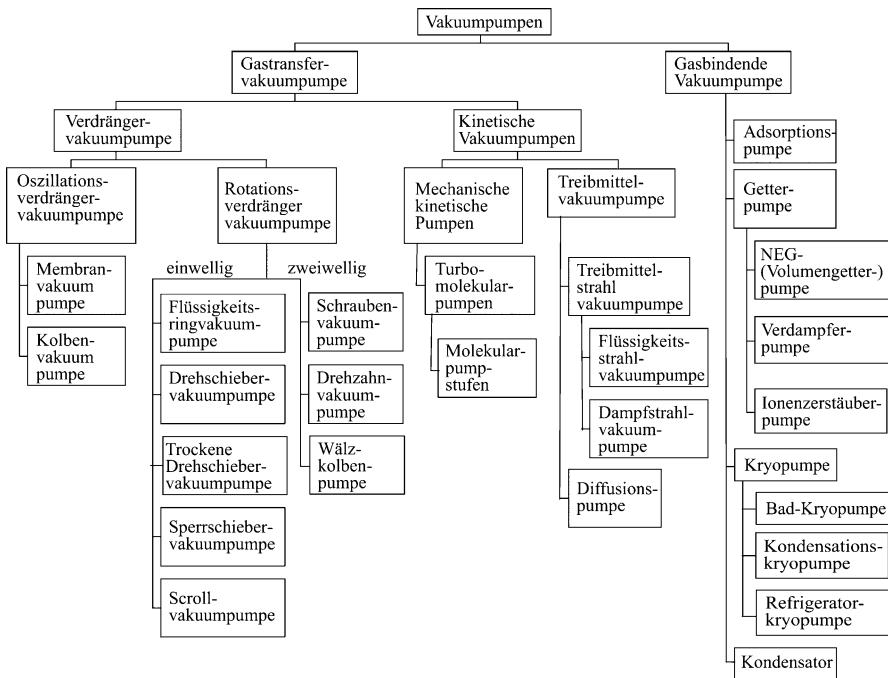


Abb. 1 Einteilung und Übersicht zu handelsüblichen Vakuumpumpen

kinetische Pumpen bewerkstelligen dies durch eine sich schnell bewegende Fläche (Rotoren), Treibmittelpumpen durch ein sich schnell bewegendes Treibmittel (meist Wasser oder Öl).

Gasbindende Pumpen teilt man danach ein, wie die Gasbindung erfolgt. Adsorptions- und Kryopumpen benutzen kryogene Temperaturen zur Gasbindung an kalten Flächen. Adsorptionspumpen begnügen sich mit der Temperatur des flüssigen Stickstoffs (77 K), in Kryopumpen benutzt man Temperaturen bis unter 4,2 K, der Temperatur des flüssigen Heliums. Die Bindung der Gasteilchen wird bei Adsorptionspumpen wesentlich durch die Verwendung von Absorbermaterialien unterstützt, während solche Materialien bei Kryopumpen nur unterstützend wirken oder gar nicht eingesetzt werden. Aus diesem Grund werden Kryopumpen getrennt von den Sortionspumpen (Abb. 2) behandelt.

Die Gasbindung durch Physi- oder Chemisorption (► Kap. 11, „Sorption und Diffusion“) ohne Unterstützung durch tiefe Temperaturen verursacht die Pumpwirkung bei den sogenannten Getterpumpen. Bei Verdampferpumpen wird die gasbindende Oberflächenschicht durch eine Verdampfung erzeugt, bei Ionenzertäuberpumpen durch Kathodenzerstäubung mittels eines Plasmas, bei Volumengettern (NEG-Pumpen) steht für die meisten Gase das gesamte Volumen, welches zu Beginn aktiviert werden muss, zur Verfügung. Bei Ionenzertäuberpumpen wird die Pumpwirkung zusätzlich durch Ionisierung der neutralen Gasteilchen und Ionenimplantation

vacuubrand

VAKUUMTECHNIK IM SYSTEM



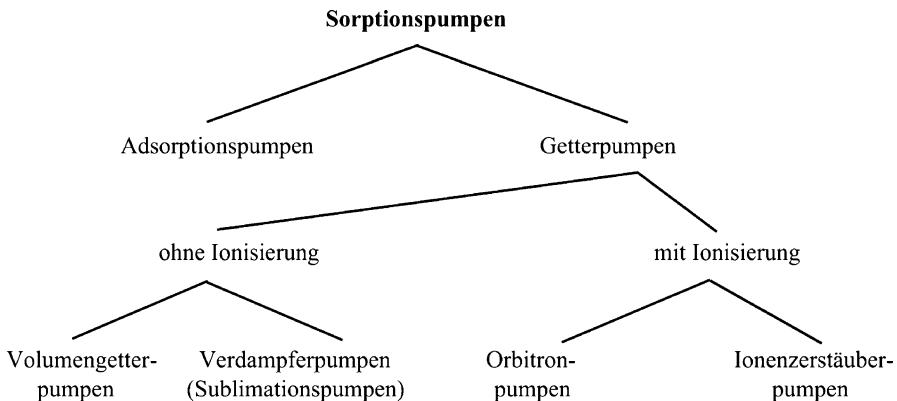


Abb. 2 Einteilung der Sorptionspumpen nach ihrem Sorptionsprinzip

unterstützt. Dieser Effekt dominiert bei den nicht mehr häufig anzutreffenden Orbitronpumpen (Abb. 2).

Abb. 3 gibt einen Überblick zu den Ansaugbereichen der gängigen Pumpentypen. Die grau unterlegten Druckbereiche sind im Dauerbetrieb möglich, die weiß umrandeten Druckbereiche sollten nur kurzzeitig auf den Ansaugflansch der Pumpe wirken.

2 Übersicht über die Verdrängerpumpen

Die Verdrängerpumpen sind die wichtigsten und am meisten verbreiteten Pumpen der Vakuumtechnik. Nach DIN 28400, Teil 2 (1980), wird die Verdränger-Vakuumpumpe definiert als „Vakuumpumpe, die das zu fördernde Gas mit Hilfe von Kolben, Rotoren, Schiebern usw., die mit oder ohne Flüssigkeit gegeneinander abgedichtet sind, gegebenenfalls über Ventile ansaugt, verdichtet und ausstößt“.

Die einfachsten Verdrängerpumpen sind die oszillierenden Pumpen (► Kap. 13, „Oszillationsverdrängerpumpen“), die historisch zu den ersten Pumpen zählen, mit denen Vakuumdrücke erzeugt werden konnten (► Kap. 1, „Geschichte der Vakuumtechnik“). Ein Kolben oder eine mit einem Pleuel verbundene Membran saugt das Gas in einer Halbperiode der Bewegung durch ein Einlassventil an und stößt das Gas in der anderen Halbperiode wieder durch ein Auslassventil aus.

Zu Beginn des 20. Jahrhunderts wurden dann die flüssigkeitsgedichteten Rotationsverdrängerpumpen entwickelt, mit denen niedrigere Drücke und größere Saugvermögen erreicht werden können. Sie können im Grobvakuumgebiet und – je nach Pumpenart – bis weit ins Feinvakuumgebiet verwendet werden. Diese Pumpen besitzen sichelförmige Schöpf- und Verdichtungsräume, die bei Drehschieberpumpen durch in einem Rotor angeordnete Schieber, bei Sperrschieberpumpen durch einen im Gehäuse angeordneten und von einem Exzenter geführten Sperrschieber und einem Drehkolben und bei Flüssigkeitsringpumpen durch die Betriebsflüssigkeit

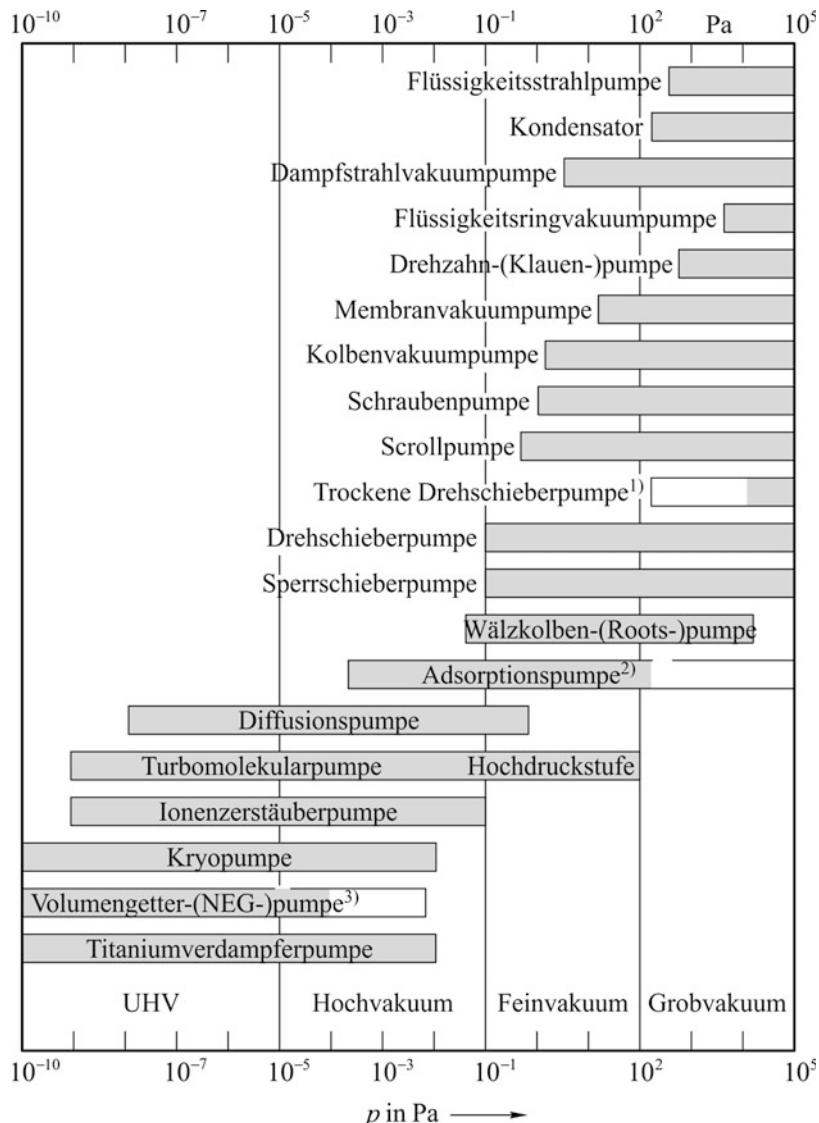


Abb. 3 Übersicht zu den Ansaugbereichen gängiger Pumparten im Dauerbetrieb. Wenn möglich, ist die Hintereinanderschaltung mehrerer Stufen der gleichen Art berücksichtigt, nicht jedoch mögliche Kombinationen verschiedener Pumpen. ¹⁾ Einstufige trockene Drehschieberpumpen (üblich) erreichen rund 10 kPa, mehrstufige (selten) können bis zu einigen 100 Pa erreichen. ²⁾ Im Dauerbetrieb können Adsorptionspumpen keine Drücke > 100 Pa pumpen. ³⁾ Im Dauerbetrieb können NEG-Pumpen keine Drücke > 10^{-4} Pa pumpen

und Flügelradschaufeln gegeneinander abgedichtet sind. Beim Betrieb bildet sich der sichelförmige Schöpfraum jedes Mal vom Volumen Null ausgehend neu. Da somit ein schädliches Volumen fehlt, wird ein hohes Saugvermögen bis weit ins Feinvakuumgebiet erreicht.

Mitte der 50er-Jahre des letzten Jahrhunderts, aber besonders gegen dessen Ende; wurden vermehrt Rotationsverdrängerpumpen entwickelt, die „trocken“, d. h. ohne Flüssigkeiten wie Öl oder Wasser, verdichten. Zu diesen zählen der Reihenfolge ihrer Markteinführung nach die Wälzkolbenpumpen (Roots-Pumpen), Vielzellenpumpen (trockene Drehschieberpumpen), Drehzahnpumpen (Klauenpumpen), Spiral-(Scroll)-Pumpen und Schraubenpumpen. Sie verbinden den Vorteil der Ölfreiheit der Oszillationsverdrängerpumpen mit dem hohen Saugvermögen der Rotationsverdränger.

Die Bedeutung der Verdrängerpumpen kommt auch dadurch zum Ausdruck, dass es für sie PNEUROP-Abnahmeregeln [1] und DIN-Normen zur Bestimmung der Kenndaten gibt. Diese Regeln sind allgemein verbindlich und auch im Regelwerk der ISO enthalten (siehe die Tab. 1 und 2 in ► Kap. 30, „Normen der Vakuumtechnik“).

Die wichtigste Kennzahl einer Verdrängerpumpe ist ihr Saugvermögen. Gemäß den Abnahmeregeln und Normen [1] ist das Saugvermögen S das Gasvolumen, das pro Zeitintervall aus einem gegebenen Messdom mit gegebenem Druck durch den Ansaugquerschnitt der Vakuumpumpe strömt. S wird üblicherweise in m^3/h oder in L/s angegeben.

Tab. 1 gibt einen Überblick über die Verdrängerpumpen. Dabei wurde nach dem Antriebsprinzip in die Oszillationsverdränger und die ein- oder zweiwelligen Rotationsverdränger unterschieden. Die zweiwelligen Schraubenpumpen fördern das Gas in Längsrichtung der Schrauben, die anderen zweiwelligen Drehzahn- oder Wälz-kolbenpumpen fördern radial. Das Funktionsprinzip der Spiral-(Scroll)-Pumpe, bei der zwei ineinander gestellte Spiralen das Gas fördern, hat große Ähnlichkeit mit dem der zweiwelligen Pumpen, jedoch ist bei der Scroll-Pumpe eine Spirale grundsätzlich ortsfest, so dass sie beim einwelligen Antrieb eingeordnet wurde.

Im Gegensatz zu den anderen Pumpen in Tab. 1, die überwiegend im Grobvakumbereich eingesetzt werden, werden die Wälzkolbenpumpen – nach dem ersten Anwender dieses Prinzips in der Luftverdichtung auch Roots-Pumpen genannt – hauptsächlich im Feinvakuumgebiet verwendet. In diesen wälzen sich zwei symmetrisch gestaltete Kolben, die durch ein Zahnradpaar synchronisiert sind, so aufeinander ab, dass zwischen den beiden Kolben sowie zwischen ihnen und dem Pumpengehäuse nur ein ganz schmaler Spalt bleibt. Da die Kolben berührungslos laufen, kann man diese schnell drehen lassen und erhält so kleine Pumpen mit hohem Saugvermögen. Bei hohen Drücken treten jedoch durch die Spalte hindurch hohe Gasrückströmungen auf, so dass die Verdichtung nur mäßig ist. Wenn nicht mehrere Wälzkolbenpumpenstufen hintereinander angeordnet werden, benötigen Wälzkolbenpumpen deshalb im Allgemeinen zum Betrieb eine der anderen Pumpen, die auf Atmosphärendruck verdichten, als Vorpumpen.

Alle Arten von Verdrängerpumpen werden oft als Hauptpumpe in einem Vakumsystem verwendet, können aber auch als Vorpumpen von Dampfstrahlpumpen,

Tab. 1 Einteilung der Verdrängervakuumpumpen nach dem Antriebsprinzip. In Klammern steht das Kapitel, in dem die Pumpen beschrieben werden

Verdrängervakuumpumpen	Oszillationsverdrängerpumpen (► Kap. 13, „Oszillationsverdrängerpumpen“)	Rotationsverdrängerpumpen	Zweiwellig (► Kap. 15, „Zweiwellige Rotationsverdrängerpumpen“)
Kolbenpumpen (► Abschn. 2 in Kap. 13, „Oszillationsversdrängerpumpen“)	Einwellig (► Kap. 14, „Einwellige Rotationsverdrängerpumpen“)	Flüssigkeitsteisungspumpen (► Abschn. 1 in Kap. 14, „Einwellige Rotationsverdrängerpumpen“)	Schraubenpumpen (► Abschn. 1 in Kap. 15, „Zweiwellige Rotationsverdrängerpumpen“)
Membranpumpen (► Abschn. 3 in Kap. 13, „Oszillationsversdrängerpumpen“)	Drehschieberpumpen (► Abschn. 2 in Kap. 14, „Einwellige Rotationsverdrängerpumpen“)	Drehzahn-(Klauen-)pumpen (► Abschn. 2 in Kap. 15, „Zweiwellige Rotationsverdrängerpumpen“)	
	Vielzellenpumpen (► Abschn. 2.2 in Kap. 14, „Einwellige Rotationsverdrängerpumpen“)	Wälzkolbenpumpen (► Abschn. 3 in Kap. 15, „Zweiwellige Rotationsverdrängerpumpen“)	
	Sperrschieberpumpen (► Abschn. 2.2 in Kap. 14, „Einwellige Rotationsverdrängerpumpen“)	Trochoidenpumpen (► Abschn. 4 in Kap. 14, „Einwellige Rotationsverdrängerpumpen“)	
	Spiral(Scroll)-Pumpen (► Abschn. 5 in Kap. 14, „Einwellige Rotationsverdrängerpumpen“)		

Treibmittelpumpen und Turbomolekularpumpen oder als Hilfspumpen von Ionenzerstäuberpumpen, Getterpumpen und Kryopumpen dienen. Die Auswahl der richtigen Pumpenkombination ist ein wichtiges Kriterium für den jeweiligen Anwendungsprozess.

Ölgedichtete Rotationsvakuumpumpen werden wegen ihres hohen relativen Saugvermögens, ihres weiten Druckarbeitsbereiches (siehe Abb. 3), ihres hohen Kompressionsverhältnisses und ihrer Eignung für Dauerbetrieb in zahlreichen Verfahren der Industrie und Forschung zum Erzeugen von Grob- und Feinvakuum verwendet. Die Ölfüllung hat jedoch grundsätzlich zwei Nachteile, nämlich:

- die Rückströmung von Öl in die Ansaugleitung und damit eine mögliche Verunreinigung der Vakuum-(Prozess-)kammer und
- die Verunreinigung und damit Schädigung des Pumpenöls durch abgepumpte Prozessgase und -dämpfe, vielfach angereichert mit festen Partikeln (Staub).

Zur Verhinderung oder wenigstens Verringerung dieser Nachteile müssen – je nach Anwendungsfall – mehr oder minder aufwändige Maßnahmen getroffen werden, vom Anbau von Filtern aller Art bis zur Verwendung oft teurer Spezialöle und Einrichtungen zu deren Reinigung und Wiederverwendung.

Angesichts dieser Probleme hat Ende des letzten Jahrhunderts insbesondere die Halbleiterindustrie die Schaffung einer „trockenen“ Rotationsvakuumpumpe gefordert. In den Vakuumanlagen dieser Industrie fallen Prozessgase an, die meist giftig und/oder korrosiv sind. Beim Abpumpen dieser Gase können auf deren weiterem Weg durch die Pumpe, besonders in Gegenwart von Feuchtigkeit, flüssige oder auch feste Partikel gebildet werden. All dies beeinträchtigt die Schmierfähigkeit des Öls im Schöpfraum der Pumpe, aber auch die umweltgerechte Entsorgung desselben, erheblich. Seit etwa 1987 [2] sind solche geforderten „Trockenläufer“ auf dem Markt.

3 Grundlagen Verdrängerpumpen

3.1 Leistungsbedarf

Der Leistungsbedarf von Verdrängerpumpen hängt von der Kompressionsarbeit, den Reibungsverlusten und der Ausschubarbeit ab. Zur Erläuterung der Kompressionsarbeit dient am besten eine Hubkolbenpumpe (► Abschn. 1 in Kap. 13, „Oszillationsverdrängerpumpen“). Bewegt sich der Kolben um das Stück dl , so wird, da $F = pA$ (A = Kolbenfläche) die wirksame Kraft ist, die Arbeit

$$dW = -pAdl = pdV \quad (1)$$

verrichtet. Das Minuszeichen ergibt sich, da bei Volumenverkleinerung (negatives dV) Arbeit zugeführt werden muss (positives dW). Der Ausdruck Gl. 1 ist von der Art der verwendeten Pumpe abhängig. Er gilt für alle Verdrängerpumpen mit innerer Verdichtung (wie oben beschrieben).

Wir betrachten nun den Druckverlauf im pV -Diagramm (Abb. 4) einer Hubkolbenpumpe:

- 4–1 das Ansaugen (die Füllung des Zylinders) beim Ansaugdruck p_1 im Saugstutzen der Pumpe;
- 1–2 das Verdichten im Zylinder auf den Ausstoßdruck p_2 meist Atmosphärendruck;
- 2–3 das Ausschieben des verdichteten Gases aus dem Zylinder, wenn das Auspuffventil geöffnet hat;
- 3–4 Schließen des Auspuff-Ventils, Öffnen des Ansaug-Ventils; die kleine Volumenvergrößerung ist in Abb. 4 idealisiert gleich Null gezeichnet.

Die Arbeit, die beim Durchlaufen dieses Prozesses verrichtet werden muss, erhält man durch Integration von Gl. 1:

$$W = - \oint p dV \quad (2)$$

Geometrisch bedeutet dieses Integral die in Abb. 4 schraffierte Fläche, die auch

$$W = \int_{p_1}^{p_2} V dp \quad (3)$$

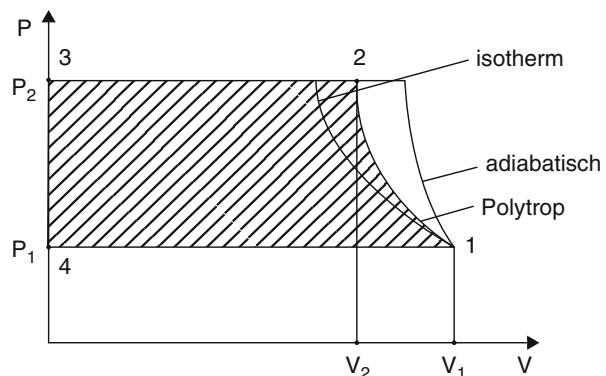
geschrieben werden kann.

Um den Flächeninhalt berechnen zu können, muss man den Verlauf der Kurve 1–2 kennen, der davon abhängt, ob die Kompression isotherm, adiabatisch oder polytrop verläuft.

3.1.1 Isotherme Kompression

Falls durch geeignete Maßnahmen dafür gesorgt wird, dass die entstehende Kompressionswärme wirksam abgeführt wird, erfolgt eine nahezu isotherme Kompression (Verdichtung bei konstanter Temperatur). Das ist z. B. bei der Flüssigkeitsringpumpe

Abb. 4 pV -Diagramm des Kompressionsvorgangs



der Fall. Da dann die Kurve 1–2 eine Isotherme ist, gilt das Boyle-Mariottische Gesetz (Gl. 16 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) und es ist $V = p_1 V_1 / p$. Somit ergibt sich für die isotherme Kompressionsarbeit

$$W_{\text{isotherm}} = p_1 V_1 \int_{p_1}^{p_2} \frac{dp}{p} = p_1 V_1 \ln \frac{p_2}{p_1} \quad (4)$$

3.1.2 Adiabatische Kompression

Bei der adiabatischen (isentrope) Kompression wird keine Wärme während der Verdichtung abgeführt. Die Kurve 1–2 ist eine Adiabate (Gl. 8 in ► Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“) und es gilt wegen $pV^\kappa = \text{const}$.

$$V = \frac{V_1 p_1^{1/\kappa}}{p^{1/\kappa}} \quad (5)$$

Damit wird die adiabatische Kompressionsarbeit

$$\begin{aligned} W_{\text{ad}} &= \int_{p_1}^{p_2} V dp = V_1 p_1^{1/\kappa} \int_{p_1}^{p_2} \frac{dp}{p^{1/\kappa}} = V_1 p_1^{1/\kappa} \frac{\kappa}{\kappa - 1} \left(p_2^{\frac{\kappa-1}{\kappa}} - p_1^{\frac{\kappa-1}{\kappa}} \right) \\ &= \frac{\kappa}{\kappa - 1} p_1 V_1 \left[\left(\frac{p_2}{p_1} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}} - 1 \right]. \end{aligned} \quad (6)$$

3.1.3 Polytrope Kompression

Bei den Verdrängerpumpen verläuft die Kompression nicht nach den Grenzfällen isotherm oder adiabatisch, sondern polytrop. Das heißt, ein Teil der Kompressionswärme wird abgeführt, ein Teil bleibt im Gas. Die Kurve 1–2 ist annähernd eine Polytrope, die durch

$$pV^\zeta = \text{const} = p_1 V_1^\zeta = p_2 V_2^\zeta \quad (7)$$

beschrieben werden kann, wobei $1 < \zeta < \kappa$ ist. Für die polytrope Kompression erhält man dann die Kompressionsarbeit

$$W_{\text{pol}} = \frac{\zeta}{\zeta - 1} p_1 V_1 \left[\left(\frac{p_2}{p_1} \right)^{\frac{\zeta-1}{\zeta}} - 1 \right] \quad (8)$$

Der Polytropenexponent ζ liegt umso näher bei κ , je schlechter die Wärmeabfuhr der Pumpe ist, d. h., je schneller die Pumpe läuft und je größer das Saugvermögen ist

(bei größerem Saugvermögen wird das Verhältnis Oberfläche zu Saugvermögen kleiner, die Wärmeabfuhr ist also geringer).

3.1.4 Kompressionsleistung

Um die benötigte Kompressionsleistung P zu berechnen, braucht man die Ausdrücke für die Arbeiten W_{isotherm} , W_{ad} , W_{pol} lediglich mit der Drehfrequenz ν zu multiplizieren.

In Abb. 5 sind die Kurven für die Leistungsaufnahme in Abhängigkeit vom Druck p_1 im Ansaugstutzen aufgezeichnet, wobei für den „Ausstoßdruck“ (Druck, bei dem das Ventil öffnet) der Wert $p_2 = 110 \text{ kPa}$ eingesetzt worden ist. Man erkennt, dass die Kompressionsleistung für den isothermen Fall bei $p_1 = 405 \text{ mbar}$ ($40,5 \text{ kPa}$) und für den adiabatischen Fall bei $p_1 = 339 \text{ mbar}$ ($33,9 \text{ kPa}$) ein Maximum aufweist. Den Wert dieses Maximums erhält man aus den obigen Gleichungen durch Differenzieren; man erhält im isothermen $P_{\text{isotherm}, \max} = 1517 \text{ W}$, im adiabatischen Fall $P_{\text{ad}, \max} = 1780 \text{ W}$, für Luft ($\kappa = 1,4$).

Zur Gesamtleistung der Pumpe kommt zur Kompressionsleistung die zur Überwindung der Reibung (Lager, Dichtungen, Schieber u. a.) benötigte Leistung hinzu. Bei der Flüssigkeitsringpumpe wird diese im Wesentlichen durch die Flüssigkeitsreibung im Flüssigkeitsring, bei der Drehschieber- und Sperrschieberpumpe im Wesentlichen durch die Ölreibung bedingt. Da die Viskosität des Öls sehr stark temperaturabhängig ist, hängt auch die zur Überwindung der Reibung benötigte Leistung sehr stark von der Temperatur ab (Abb. 6).

Bei niedrigen Drücken wird praktisch keine Kompressionsarbeit mehr verrichtet, die aufgenommene Leistung egalisiert die Reibungsverluste. Wird die Pumpe mit Gasballast betrieben, so fällt die Leistungsaufnahme zu tiefen Drücken hin wegen der weiter notwendigen Kompressionsarbeit des Gasballastgases nicht so stark ab (Abb. 7).

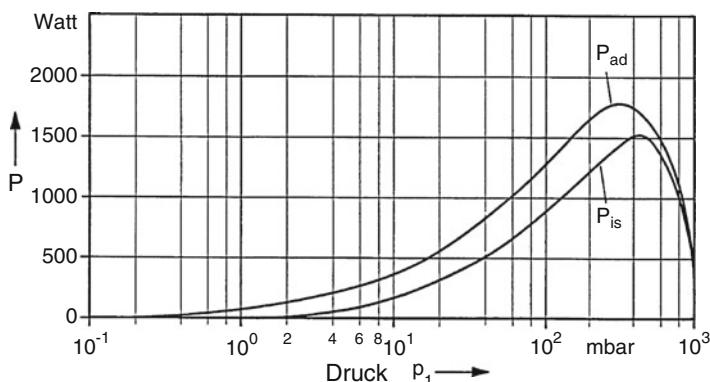


Abb. 5 Berechnete Leistungsaufnahme (Gl. 4 und 6, rechte Seite multipliziert mit ν) einer einstufigen Sperrschieberpumpe mit einem Schöpfvolumen $V_1 = 5 \text{ L}$ und einer Drehfrequenz $\nu = 450 \text{ min}^{-1}$: Druck p_1 am Ansaugstutzen der Pumpe; Ordinate: adiabatische (P_{ad}) bzw. isotherme (P_{isotherm}) Leistungsaufnahme. Ausstoßdruck $p_2 = 110 \text{ kPa}$

Abb. 6 Leistungsaufnahme bei Betrieb ohne Gasballast bei verschiedenen Öltemperaturen (Pumpe wie bei Abb. 5)

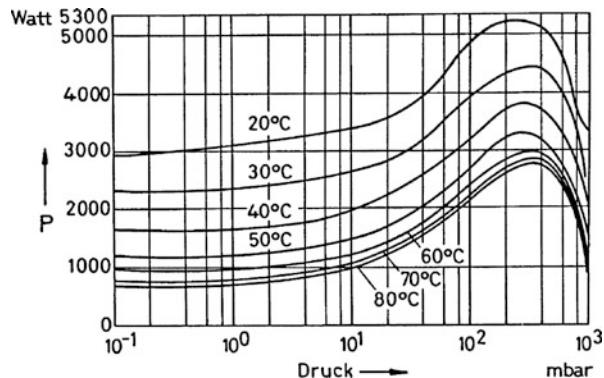
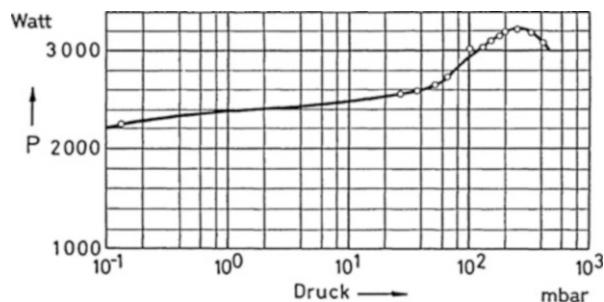


Abb. 7 Leistungsaufnahme bei Betrieb mit Gasballast bei Betriebstemperatur (Pumpe wie bei Abb. 5)



Je größer die Pumpen werden, umso größer müssen die Querschnitte des Pumpenausgangs und damit die Auspuffventile sein. Um hinreichende Dichtheit dieser Ventile zu erzielen, wird eine höhere Schließkraft benötigt und damit ein höherer Druck zum Öffnen des Ventils. Dies trifft nicht nur für Auspuffventile zu, sondern auch für andere nachgeschaltete Bauelemente, wie z. B. Abscheider, die infolge der Drosselung des Gasstromes einen höheren Gegendruck erfordern. Hierfür muss eine zusätzliche Leistung aufgebracht werden, die durchaus die Größenordnung der reinen Kompressionsleistung erreichen kann. Hierauf ist bei der Bemessung des Antriebsmotors besonders größerer Verdrängerpumpen zu achten.

3.2 Abpumpen von Dämpfen und Gasballast

Mit Verdrängerpumpen, die vom Ansaugdruck auf Atmosphärendruck p_{atm} oder etwas höher verdichten, können keine Gase oder Dämpfe gefördert werden, die bei den in der Pumpe herrschenden Betriebstemperaturen T von 60 °C bis 90 °C kondensieren. Wenn während der Verdichtung der Sättigungsdampfdruck $p_s(T)$ erreicht wird, kondensieren sie in die flüssige Phase und lassen sich nicht auf den gewünschten Ausstoßdruck αp_{atm} ($\alpha \approx 1,3$ für einen effektiven Ausstoß) bringen.

Dies trifft insbesondere für Wasserdampf zu. Dessen Sättigungsdampfdruck (Tab. 4 in ► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“) liegt für 60 °C bei 20 kPa, für

90 °C bei 70 kPa. Wasser, das sich in der Pumpe anreichert, wird auf die Ansaugseite verschleppt und verschlechtert durch Wiederverdampfen den Enddruck der Pumpe erheblich. Bei ölgedichteten Pumpen kann der Ölfilm aufreißen, was zum „Festfressen“ der Pumpe führen kann. Ebenso besteht bei größerem Wassergehalt Korrosionsgefahr.

Wir wollen zunächst überlegen, wann Kondensation auftritt: Der Ansaugdruck p_A setze sich aus einem Partialdruck p_1 nicht kondensierbaren Gases und einem Partialdruck $p_{D,1}$ kondensierbaren Gases (Dampfes) zusammen: $p_A = p_1 + p_{D,1}$. Wenn wir Kondensation vermeiden wollen, darf der Druck $p_{D,2}$ des Dampfes beim Auslass den Sättigungsdampfdruck $p_S(T)$ nicht überschreiten:

$$p_{D,2} < p_S(T). \quad (9)$$

Das Kompressionsverhältnis K bzw. das Verhältnis von Ansaugvolumen zu verdichtetem Volumen ist

$$K = \frac{\alpha p_{\text{atm}}}{p_A} = \frac{\alpha p_{\text{atm}}}{p_1 + p_{D,1}}. \quad (10)$$

Solange keine Kondensation auftritt, werden sowohl das kondensierbare Gas wie das permanente Gas gleichmäßig verdichtet. Bei gegebenem K muss die Bedingung Gl. 9 erfüllt sein,

$$p_{D,2} = K p_{D,1} < p_S(T). \quad (11)$$

Einsetzen von Gl. 10 in Gl. 11 liefert die Bedingung für $p_{D,1}$, damit keine Kondensation auftritt:

$$p_{D,1} < \frac{p_S p_1}{\alpha p_{\text{atm}} - p_S}. \quad (12)$$

p_S muss an der kältesten Stelle der Pumpe ausgewertet werden. Auch im Auspuffraum nach dem Ausstoßventil sollte noch keine Kondensation auftreten.

Beispiel 1

Eine Drehschieberpumpe pumpe einen Permanentgasstrom mit dem Druck $p_1 = 1$ kPa am Ansaugstutzen ab. Sie stoße mit einem gegenüber dem Luftdruck (Normdruck) um 30 % höheren Druck aus. Die Betriebstemperatur der Pumpe betrage 70 °C. Berechne den maximal zulässigen zusätzlichen Druck $p_{D,1}$ von Wasserdampf am Ansaugstutzen, damit keine Kondensation in der Pumpe auftritt.

Es ist $\alpha = 1,3$ und gemäß ► Tab. 5.6 in Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“, $p_S(70^\circ\text{C}) = 31,2$ kPa. Damit muss gelten:

$$p_{D,1} < \frac{31,2 \text{ kPa} \cdot 1 \text{ kPa}}{1,3 \cdot 101,3 \text{ kPa} - 31,2 \text{ kPa}} = 0,31 \text{ kPa}.$$

Dies entspricht einem Wasserdampfgehalt am Einlass von maximal $0,31 / (1 + 0,31) = 24\%$.

Die Kondensation von Wasserdampf in der Pumpe kann man vermeiden, indem man die Pumpe durch eine Heizung oder wärmeisolierende Maßnahmen auf eine Temperatur von etwa 110 °C bringt. Bei einer Drehschieberpumpe kann man auch das Öl ständig regenerieren bzw. austauschen. Die eleganteste Methode, um Kondensation in der Pumpe zu verhindern, ist jedoch die von *Gaede* angegebene Methode des Gasballasts [3]. Sie besteht darin, dass in den Schöpfraum der Pumpe dauernd eine dosierte Menge Frischgas, der sogenannte Gasballast, eingelassen wird. Dadurch wird der Öffnungsdruck des Auspuffventils erreicht, bevor der Dampf auf den der Pumpentemperatur entsprechenden Sättigungsdruck komprimiert ist und Kondensation einsetzen kann. Dieser Frischgaseinlass (meist atmosphärische Luft) beginnt unmittelbar, nachdem der Schöpfraum vom Saugstutzen getrennt ist, wodurch die Verschlechterung des Enddruckes in Grenzen gehalten werden kann.

Die Menge des notwendigen Frischgases, die zuzuführende Gasballastmenge q_{pV}^{ballast} kann man durch folgende Überlegung abschätzen: Der Gasballast reduziert das Kompressionsverhältnis (Gl. 10), weil nun zusätzlich zum angesaugten Gasstrom der Gasballaststrom abgepumpt werden muss. Bei offenem Gasballastventil öffnet das Auslassventil bei einem wesentlich geringeren Verdichtungsgrad als ohne Gasballast, so dass das Verhältnis von Ansaugvolumen zu verdichtetem Volumen erheblich verringert wird. Mit Gasballast ergibt sich das Kompressionsverhältnis K zu

$$K = \frac{\alpha p_{\text{atm}}}{p_1 + p_{D,1} + \frac{q_{pV}^{\text{ballast}}}{S}}. \quad (13)$$

Dieser Gleichung liegt die Überlegung zu Grunde, dass sich ein solcher Partialdruck des Frischgases in der Pumpe bildet, der dem Verhältnis des Gasballaststromes q_{pV}^{ballast} und dem Saugvermögen S der Pumpe entspricht. Die Anwendung von S ist sinnvoll, weil das Gasballastventil unmittelbar nach dem Abkoppeln des Ansaugvolumens vom Ansaugstutzen geöffnet wird (siehe ▶ Kap. 14, „Einwellige Rotationsverdrängerpumpen“). In diesem Moment ist das Ansaugvolumen, und somit auch das Saugvermögen, für den Gasballaststrom praktisch nicht reduziert. Setzt man Gl. 13 in die Ungleichung Gl. 11 ein, erhält man die Bedingung für $p_{D,1}$ mit Gasballaststrom:

$$p_{D,1} < \frac{p_{SP} + p_S \frac{q_{pV}^{\text{ballast}}}{S}}{\alpha p_{\text{atm}} - p_S}. \quad (14)$$

Umgekehrt erhält man bei gegebenem $p_{D,1}$ den dafür nötigen Gasballaststrom, damit keine Kondensation auftritt, zu

$$q_{pV}^{\text{ballast}} > S \left(\frac{\alpha p_{\text{atm}} p_{D,1}}{p_S} - p_{D,1} - p_1 \right). \quad (15)$$

Beispiel 2

Man berechne unter den Bedingungen von Beispiel 1 den nötigen Gasballaststrom, um Kondensation zu verhindern, wenn der Wasserdampfdruck am Einlass 0,4 kPa beträgt. Das Saugvermögen der Pumpe betrage $S = 6 \text{ m}^3/\text{h}$.

Es ist $6 \text{ m}^3/\text{h} = 1,67 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$.

$$\begin{aligned} dq_{pV}^{\text{ballast}} &> 1,67 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1} \left(\frac{1,3 \cdot 101,3 \text{ kPa} \cdot 0,4 \text{ kPa}}{31,2 \text{ kPa}} - 0,4 \text{ kPa} - 1 \text{ kPa} \right) \\ &= 0,482 \text{ Pam}^3 \text{ s}^{-1} \end{aligned}$$

Vergleicht man diesen Wert mit der Saugleistung der Pumpe

$$\dot{Q} = 1,67 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1} \cdot 1,4 \cdot 10^3 \text{ Pa} = 2,3 \text{ Pam}^3 \text{ s}^{-1}$$

so stellt man fest, dass der Gasballaststrom etwa 20 % der Saugleistung betragen muss. Um diesen Prozentsatz ist auch das Kompressionsverhältnis durch den Gasballast verringert.

Bei der Ableitung der Gl. 14 und 15 haben wir noch nicht berücksichtigt, dass der Gasballast, wenn, wie üblich, Frischluft verwendet wird, Wasserdampf als kondensierbares Gas enthält und dass das einströmende Gas der Umgebungstemperatur T_0 durch die Pumpe erwärmt wird. Bezeichnet man den Strom des Wasserdampfs im Ballastgas mit q_{pV}^W , dann gilt zusätzlich die Bedingung, dass die einströmende Frischluftfeuchte nicht kondensiert:

$$K \frac{q_{pV}^W}{S} \frac{T}{T_0} < p_S(T). \quad (16)$$

Wenn auch am Ansaugstutzen Wasserdampf das kondensierbare Gas darstellt, lassen sich Gl. 11 und 16 zusammenfassen zu:

$$K \left(p_{D,1} + \frac{q_{pV}^W}{S} \frac{T}{T_0} \right) < p_S(T). \quad (17)$$

Wenn der Gasballaststrom neben dem nicht kondensierbaren Anteil q_{pV}^0 auch einen Wasserdampfstrom q_{pV}^W enthält ($q_{pV}^{\text{ballast}} = q_{pV}^W + q_{pV}^0$), muss Gl. 13 modifiziert werden zu

$$K = \frac{\alpha p_{\text{atm}}}{p_1 + p_{D,1} + \frac{q_{pV}^W}{S} + \frac{q_{pV}^0}{S}}. \quad (18)$$

Setzt man diese Gleichung in die Ungleichung Gl. 17 ein, erhält man nach etwas Rechnung als Bedingung für das Nicht-Kondensieren des Wasserdampfes

$$p_{D,1} < \frac{p_S}{S} \left[\frac{p_1 S + q_{pV}^0 \left(1 + \frac{q_{pV}^W}{q_{pV}^0} - \frac{\alpha p_{\text{atm}} q_{pV}^W}{p_S q_{pV}^0 T_0} \right)}{\alpha p_{\text{atm}} - ps} \right]. \quad (19)$$

Beispiel 3

Wir betrachten wieder die Bedingungen aus den obigen Beispielen 1 und 2. Es sei $q_{pV}^{\text{ballast}} = 0,482 \text{ Pa m}^3 \text{s}^{-1}$, $S = 6 \text{ m}^3/\text{h}$, $T = (273 + 70) \text{ K}$, $T_0 = 296 \text{ K}$, $\alpha = 1,3$ und $q_{pV}^W/q_{pV}^0 = 0,014$, entsprechend einer Luftfeuchte von etwa 50 %. Berechne den maximalen Wert $p_{D,1}$, die Wasserdampfverträglichkeit, möglichst genau.

Es ist $q_{pV}^W = 0,0067 \text{ Pa m}^3 \text{s}^{-1}$ und $q_{pV}^0 = 0,475 \text{ Pa m}^3 \text{s}^{-1}$.

Die Anwendung von Gl. 19 ergibt:

$$\begin{aligned} p_{D,1} &< \frac{31,2 \cdot 10^3 \text{ Pa}}{1,67 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^{-3} \text{s}^{-1}} \cdot \\ &\left[\frac{1 \cdot 10^3 \text{ Pa} \cdot 1,67 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^{-3} \text{s}^{-1} + 0,475 \cdot \left(1 + 0,014 \cdot \frac{1,3 \cdot 1,013 \cdot 10^5}{31,2 \cdot 10^3 \text{ Pa}} 0,014 \frac{343 \text{ K}}{296 \text{ K}} \right)}{1,3 \cdot 1,013 \cdot 10^5 \text{ Pa} - 31,2 \cdot 10^3 \text{ Pa}} \right] \\ &= 394 \text{ Pa}. \end{aligned}$$

Im Beispiel 2 hatten wir für die Berechnung des q_{pV}^{ballast} ein $p_{D,1} = 400 \text{ Pa}$ angenommen. Die Wasserdampfverträglichkeit ist also praktisch gleich wie mit den für Gl. 15 gemachten Näherungen.

Den größten Gasballast-Strom braucht man, wenn reiner Wasserdampf abgepumpt werden soll, also der Permanentgaspartialdruck $p_1 = 0$ ist. Wir vereinfachen für diesen Fall Gl. 19 mit $T/T_0 \approx 1$:

$$p_{D,1} < \frac{q_{pV}^0}{S} \frac{ps \left(1 + \frac{q_{pV}^W}{q_{pV}^0} \right) - \alpha p_{\text{atm}} \frac{q_{pV}^W}{q_{pV}^0}}{\alpha p_{\text{atm}} - ps}. \quad (20)$$

Beim Gleichsetzen erhält man die sogenannte Wasserdampfverträglichkeit p_W der Pumpe (DIN 28426), das ist der Druckwert reinen Wasserdampfes am Ansaugstutzen, der nicht erreicht werden darf, wenn Kondensation verhindert werden soll. Statt der Wasserdampfverträglichkeit wird in DIN 28426 auch der irreführende Begriff der Wasserdampfkapazität verwendet, der den Massenstrom von Wasser bezeichneten soll. Zu seiner Bestimmung multipliziert man p_W mit S und rechnet den pV -Strom gemäß Gl. 14 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“ und Gl. 23 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ in den Massenstrom um.

Bei gegebenem $p_{D,1}$ erhält man für den nötigen Gasballaststrom, damit keine Kondensation auftritt, zu:

$$q_{pV}^{\text{ballast}} \cong q_{pV}^0 > S \frac{p_{D,1}}{p_S} \frac{\alpha p_{\text{atm}} - p_S}{1 + \frac{q_{pV}^W}{q_{pV}^0} \left(1 - \frac{\alpha p_{\text{atm}}}{p_S} \right)}. \quad (21)$$

Abschließend soll noch erwähnt werden, dass sich ein Gasballasteinlass auch als vorteilhaft erwiesen hat, um vorher gepumpte Gase schneller aus einer Vorpumpe zu entfernen, z. B. Helium bei Vorpumpen in Lecksuchern [4].

Literatur

1. PNEUROP, Vakuumpumpen, Abnahmeregeln Teil 1, Maschinenbau-Verlag GmbH, Ffm. 1979, und DIN 28426, Teil 1 (1983)
2. Troup, A.P., Turell, D.: Dry pump operating under harsh conditions in the semiconductor industry. *J. Vac. Sci. Techn.* **A7**, 2381–2386 (1989)
3. Gaede, W.: Gasballastpumpen. *Z. Naturforsch.* **2a**, 233–238 (1947)
4. Chew, A.D.: The measurement of helium retention in forepumps. *Vacuum* **53**, 243–246 (1999)

Weitere Literatur zu Verdrängerpumpen (Überblick) und Gasballast

- Knobloch, D.: Wirkungsweise und Eigenschaften von Verdrängerpumpen – Verschiedene Bauarten für eine Aufgabe. *Tech. Rundschau* **36**, 148–156 (1989)
- Jorisch, W.: Vakuumtechnik in der Chemischen Industrie, S. 82–88. Wiley-VCH, Weinheim (1999)
- Grabow, G.: Optimalbereiche von Fluidenergiemaschinen – Pumpen und Verdichter. *Forschung im Ingenieurwesen*, 7, S. 100–106. Springer-Verlag (2002)
- Knobloch, D.: Verdrängerpumpen I. VDI-Bildungswerk, Handbuch Vakuumtechnik BW41-01-36, Stuttgart (1984)
- DIN 28400, *Benennungen und Definitionen*. Blatt 1: Grundbegriffe, Einheiten, Vakuumbereiche, Kenngrößen, Grundlagen, Blatt 2: Vakuumpumpen, –zubehör, –anordnung und -betrieb, Beuth Verlag GmbH, Berlin
- Bartels, D.: Vakuumpumpen in der chemischen Industrie. Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen/A. *VakuumTechnik*. **29**(5), 131–140 (1980)
- Adam, R.W., Dahmlos, C.: Vakuumpumpen in der chemischen Industrie. Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen/B. *Vakuum-Technik*. **29**(5), 141–148 (1980)
- Teifke, W., Bohnet, M.: Vakuumpumpen in der Verfahrenstechnik. In: *Handbuch Verdichter, Teil II Vakuumpumpen*, S. 250–260. Vulkan-Verlag, Essen (1990)
- Reyländer, H.: Über die Wasserdampfverträglichkeit von Gasballastpumpen. *Vakuum-Technik* **7**, 78–81 (1958)
- Duval, P., Long, J.: Water vapor pumping with vane pumps. A critic of the PN-F-UROP method. *Proc. 9. Intern. Vac. Congr.*, Madrid, S. 89 (1983)



Oszillationsverdrängerpumpen

13

Karl Jousten und Jürgen Dirscherl

Zusammenfassung

Oszillationsverdrängerpumpen enthalten ein oszillierendes Element, durch das ein Schöpfraum periodisch vergrößert und verkleinert wird, um eine Pumpwirkung zu erzielen. Die zu dieser Gattung gehörenden Kolben- und Membranpumpen werden verbreitet zur Erzeugung von ölfreiem Fein- und Grobvakuum mit kleinen bis mittleren Saugvermögen eingesetzt. Sie werden oft für physikalische und chemische Laboranwendungen bis hin zu kleineren Produktionsanlagen sowie als Vorpakumpumpen für Hochvakuumpumpen, beispielsweise in Turbopumpständen und Lecksuchern, verwendet.

1 Einleitung

Zu den Oszillationsverdrängerpumpen gehören die Hubkolbenpumpen und die Membranpumpen. Beide Pumparten zählen zu den so genannten trockenen Pumpen, bei denen das zu fördernde Gas oder Gas-Dampf-Gemisch nicht mit einem Dicht- oder Schmiermittel in Berührung kommt. Ein über Welle und Pleuel angetriebener, oszillierender Kolben oder eine mit einem Pleuel verbundene Membran saugt das Gas in einer Halbperiode der Bewegung an und stößt das Gas in der anderen Halbperiode wieder durch ein Ventil aus.

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland
E-Mail: karl.jousten@ptb.de

J. Dirscherl

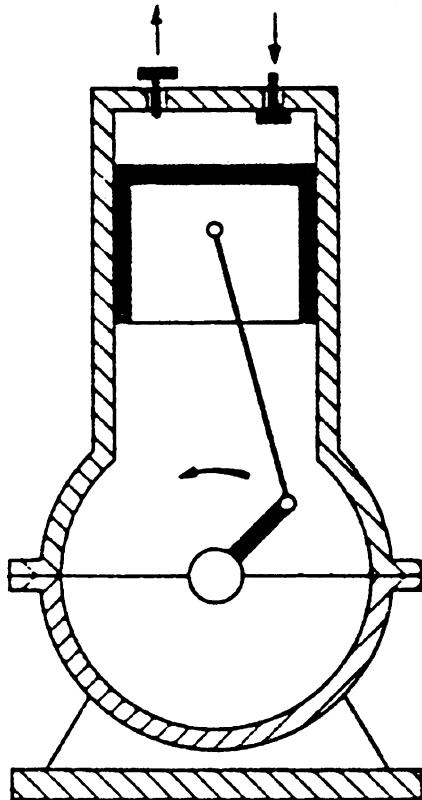
Vacuubrand GmbH & Co., Wertheim, Deutschland
E-Mail: juergen.dirscherl@vacuubrand.de

Durch die Bauart dieser Pumpen lässt sich nicht vermeiden, dass am Totpunkt des Kolbens bzw. Pleuels nach dem Ausstoßen auch bei bester Bearbeitung ein so genanntes schädliches Volumen übrig bleibt, aus dem das zu pumpende Gas nicht in die Auspuffleitung befördert wird. Deshalb werden bei mehrstufigen Kolbenpumpen, die ein hohes Verhältnis von Schöpfraum zu Totvolumen haben, typischerweise Enddruckwerte im Bereich 0,1 Pa–1 Pa erreicht; während Membranpumpen, die durch die begrenzte Bewegungsmöglichkeit der Membran ein wesentlich kleineres Verhältnis haben, typischerweise nur Enddrücke um 30 Pa erreichen.

2 Kolbenpumpen

Kolbenpumpen gibt es in einer großen Vielzahl als kleine Pumpen für technische Anwendungen. In der Vakuumtechnik haben sie als Trockenläufer im Zuge der Entwicklung ölfreier Vakuumpumpen an Bedeutung gewonnen. Mit zunächst ein- oder zweistufigen Ausführungen dieser Pumpen ließen sich Enddrücke von ca. 500 Pa bzw. ca. 10 Pa erreichen. Abb. 1 zeigt das Schema einer einfachen

Abb. 1 Schema der Hubkolbenpumpe



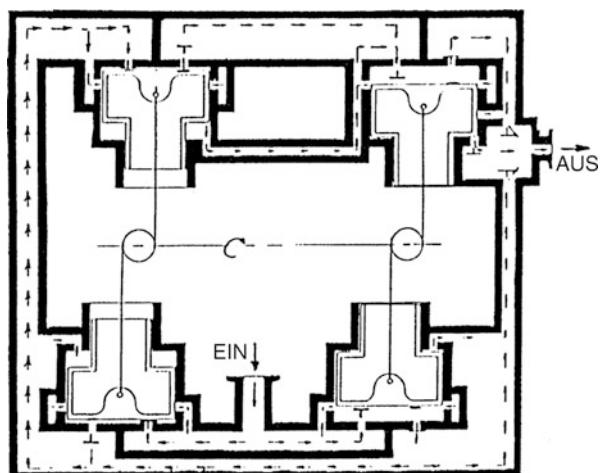
Hubkolbenpumpe. In der Abwärtsbewegung, bei der das rechte Einlassventil geöffnet ist, findet der Ansaugvorgang statt, in der Aufwärtsbewegung, bei der das Auslassventil geöffnet und das Einlassventil geschlossen ist, das Komprimieren und Ausstoßen des zu pumpenden Gases. Am oberen Totpunkt verbleibt ein Totvolumen, aus dem kein Gas ausgestoßen wird. Die in diesem schädlichen Raum unter dem Auspuffdruck verbleibende Gasmenge expandiert während des folgenden Saughubes und füllt den Arbeitsraum teilweise oder vollständig aus, so dass kein neues Gas angesaugt werden kann. Keine Verdränger-Vakuumpumpe mit schädlichem Raum kann daher ein höheres Verdichtungsverhältnis erzielen, als das Verhältnis vom maximalen Arbeitsvolumen zum schädlichen Raum.

Die Weiterentwicklungen – z. B. vierstufiger Pumpen – haben den Enddruck erheblich abgesenkt (bis etwa 2 Pa), um so den direkten Anschluss einer Hochvakuumpumpe zu ermöglichen [1]. Abb. 2 zeigt schematisch die Anordnung eines aus der Hubkolbenpumpe weiterentwickelten vierstufigen Trockenläufers [2, 3]. Der Durchmesser der vier gleichen Hubkolben beträgt 100 mm, die Hubraumhöhe 25,4 mm (1 Zoll). Die relativ niedrige Hubfrequenz von 1200 min^{-1} bedingt ein relativ kleines, druckabhängiges maximales (Nenn-)Saugvermögen von $34 \text{ m}^3/\text{h}$. Der Enddruck liegt im Bereich 1,5 Pa–3 Pa.

Neben dem Totvolumen begrenzt auch, nach einiger Betriebszeit, die von außen aufgrund von verschleißbedingten Undichtigkeiten am Zylinder einströmende Gasmenge den Enddruck.

Moderne Oberflächenbehandlung und Werkstoffe, wie fluorkunststoffbasierte Beschichtungen und Kolbenlaufflächen, haben zu erheblichen Fortschritten geführt [4]. Trotzdem bleibt der Nachteil des Spalts im Vergleich zur hermetisch abgedichteten, eingespannten Membran (siehe folgender Abschnitt). Kleine Mengen der gepumpten Medien können stets durch den Spalt in den Antriebsraum entweichen und dort Korrosion an Lagern etc. verursachen. Auch gepumpte Partikel können zu Verschleiß an den Spaltdichtflächen führen.

Abb. 2 Schema einer vierstufigen Hubkolbenpumpe mit einer Kompression von 50.000 [2, 3]



3 Membranpumpen

In Membranpumpen trennt ein flexibles Bauteil – die „Membran“ – den Schöpfraum hermetisch vom Antriebsraum mit Lagern, Pleuel und Welle ab. Die Membran ist am Außenumfang (und je nach Bauart auch im Innenbereich) gasdicht eingespannt. Dies verhindert einerseits den Kontakt von gepumpten Medien mit korrosionsempfindlichen Teilen und andererseits eine Verunreinigung der Medien durch Schmierstoffe. Membranpumpen werden daher als „ölfrei“ bezeichnet. Durch entsprechenden Aufbau der medienberührten Teile können Pumpen für hohe Korrosionsfestigkeit (Chemie-Membranpumpen) oder für unverfälschtes Fördern hochreiner Gase ausgelegt werden. Auf die zahlreichen Ausführungen von Membranpumpen für das Fördern von flüssigen Medien oder für hohe Drücke wird hier nicht weiter eingegangen.

Handbetätigte Kolbenpumpen und Blasebälge waren spätestens im 17. Jahrhundert bekannt. Es ist nicht bekannt, wie sich daraus Membranpumpen mit motorischem Antrieb entwickelt haben. Die Weiterentwicklung von Elastomerwerkstoffen ab Mitte des 20. Jahrhunderts führte zu einem breiten Einsatz von Membranpumpen und -verdichtern mit mechanischem Membranantrieb. In der Folge wurden das Saugvermögen, das Endvakuum und vor allem die Lebensdauer der Membranen durch optimierte Membranmaterialien und verbesserte Fertigungstechnologien laufend verbessert [5]. Heute gelten Membranpumpen als wartungsfreundlich und außerordentlich robust auch in schwierigen Anwendungen.

Membranpumpen mit kompakter Bauart werden in sehr großen Stückzahlen in industriellen Anwendungen eingesetzt. Die Verbreitung der Membranpumpen in der Vakuumtechnik wurde durch zwei Neuentwicklungen beflügelt: Zum einen durch die Entwicklung von Chemie-Membranpumpen, in der alle medienberührten Materialien eine breite Verträglichkeit gegenüber Chemikalien aufweisen (z. B. durch Fluorkunststoffe). Diese in den 1980er-Jahren eingeführten Pumpen verdrängten andere Pumpentypen wie Wasserstrahl- oder Drehschieberpumpen weitgehend aus Chemie-Laboranwendungen.

Zum anderen wurden Turbopumpen mit integrierter Molekularpumpstufe eingeführt, die eine wesentlich verbesserte Vorvakuumverträglichkeit aufweisen (Absolutdruck im Bereich von $> 200 \text{ Pa}$ anstelle $< 1 \text{ Pa}$). Dies erlaubte erstmals den Einsatz von „ölfreien“ Membranpumpen zur Vorvakumerzeugung, anstelle von ölgedichteten Drehschieberpumpen. Sowohl Öl-Rückdiffusion als auch die Gefahr eines Öl-Rückstiegs in die Vakuumanlage sind damit ausgeschlossen.

Möglich wurde die dafür notwendige Steigerung von Saugvermögen und Endvakuum insbesondere durch den mehrstufigen Aufbau der Membranpumpen, verbesserte Membrantechnologien sowie fortschrittliche Antriebssysteme. Drehzahlgeregelte Antriebe ermöglichen prozessgesteuerte Vakuumsysteme mit erheblichen Vorteilen gerade für Laboranwendungen.

3.1 Aufbau und Funktionsweise

Membranpumpen zählen zu den Oszillationsverdrängerpumpen nach ISO 3529-2. Sie werden heute in einer sehr großen Vielfalt mit unterschiedlichen vakuumtechnischen

Eigenschaften gebaut und decken bis etwa $20 \text{ m}^3/\text{h}$ Saugvermögen mit einer einzelnen Pumpe ab.

Abb. 3 zeigt den beispielhaften Aufbau einer Membranpumpe (mit Flachmembran, s. u.): Der Schöpfraum (S) wird vom Kopfdeckel (3) und von der Membran (5) mit der Membranspannscheibe (4) begrenzt. Die Membran ist am Außenrand zwischen Kopfdeckel und Gehäuse sowie innen durch die Membranspannscheibe gasdicht eingespannt und wird durch die Stützscheibe (6) geführt.

Die umlaufende Bewegung der Exzентerscheibe (8) führt zu einer Auf- und Abbewegung des Pleuels (7) und damit der Membranstütz- und spannscheibe sowie der Membran, so dass sich das Volumen des Schöpfraumes (S) periodisch ändert. Die Ein- und Auslassventile (2) zwischen Gehäusedeckel (1) und Kopfdeckel (3) sind als entsprechend orientierte Flatterventile ausgelegt. Bei Abwärtsbewegung der Membran (Saugphase) wird Gas durch das Einlassventil (bei IN) angesaugt. In dieser Phase ist das Auslassventil (bei EX) geschlossen. Bei Aufwärtsbewegung der Membran öffnet das Auslassventil und das komprimierte Gas wird ausgestoßen, das Einlassventil ist geschlossen. Membranpumpen dieser Bauart sind aufgrund der nur von der Gasdruckdifferenz betätigten Ein- und Auslassventile auf den Bereich $> 10 \text{ Pa}$ begrenzt.

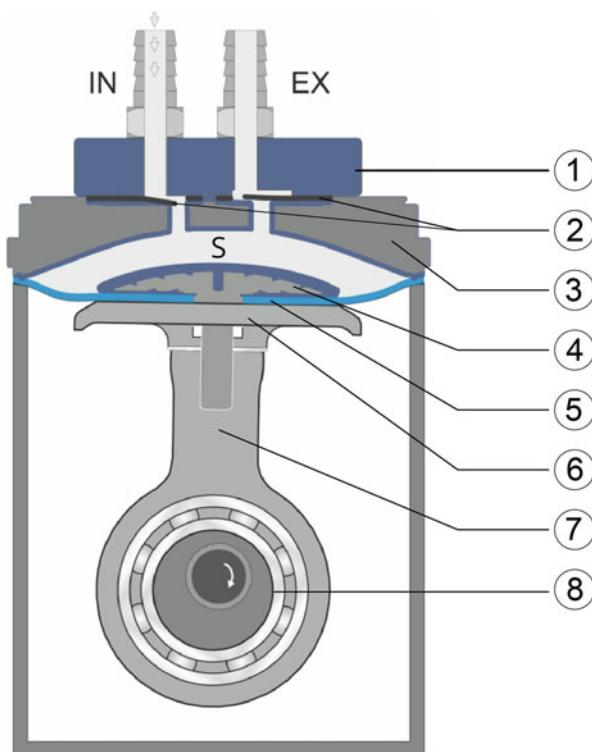


Abb. 3 Schematische Darstellung des Aufbaus einer Membranpumpenstufe: 1 Gehäusedeckel, 2 Ventile, 3 Kopfdeckel, 4 Membranspannscheibe, 5 Membran, 6 Membranstützscheibe, 7 Pleuel, 8 Exzenterscheibe

3.2 Saugvermögen und Endvakuum

Am oberen Umkehrpunkt der Membran (und der Membranspannscheibe) verbleibt ein sog. Totvolumen, dessen Gasinhalt nicht ausgestoßen wird. Während der folgenden Saugphase expandiert dieses Gas erneut und füllt den Schöpfraum teilweise auf.

Für den pV -Gasstrom q_{pV} ergibt sich mit dem maximalen Schöpfraumvolumen V_S , dem Totvolumen V_T , der Drehzahl n , dem Ansaugdruck p_A und dem Ausstoßdruck p_E folgender Zusammenhang:

$$q_{pV} = n \cdot (V_S p_A - V_T p_E) \quad (1)$$

Das effektive Saugvermögen S einer einstufigen Pumpe lässt sich daraus ableiten:

$$S = \frac{q_{pV}}{p_A} \quad (2)$$

Das maximale Kompressionsverhältnis p_E / p_A ergibt sich für $S = 0$. Somit kann eine einstufige Verdränger-Vakuumpumpe keine höhere Verdichtung erzielen als das Verhältnis von maximalem Schöpfraumvolumen V_S zu Totvolumen V_T . Typische Werte hierfür liegen zwischen 10 und 30.

Das Endvakuum von Membranpumpen kann durch die vakuumtechnische Reihenschaltung von Pumpenköpfen verbessert werden. Typisch sind ein- bis vierstufige Anordnungen (vgl. Abb. 4), wobei die einzelnen Stufen auch aus mehreren parallel geschalteten Pumpenköpfen bestehen können. Das theoretische Saugver-

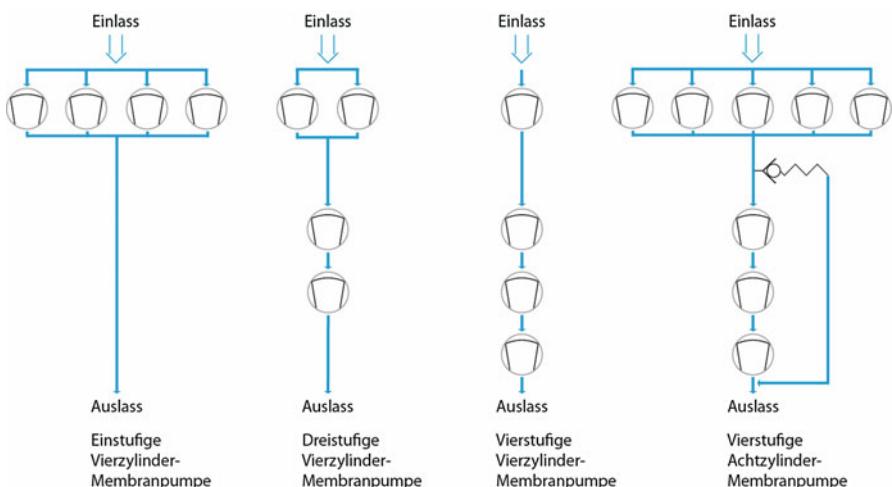


Abb. 4 Beispiele für das Parallel- und Hintereinanderschalten von Zylindern in Membranpumpen. Hohes Saugvermögen durch Parallelschaltung der Ansaugzylinder, gegebenenfalls mit integriertem Überdruckventil

mögen einer mehrstufigen Pumpe ergibt sich aus einem Gleichungssystem mit analogen Ausdrücken für die einzelnen Stufen wie oben, die über die Forderung der Erhaltung des Gasstromes q_{PV} miteinander verknüpft sind [6].

Für konkrete Aussagen müsste die Rückströmung beispielsweise durch zu spät schließende Ventile und der Einfluss von Strömungsverlusten berücksichtigt werden. Insbesondere bei niedrigen Drücken und damit verringerten Gaskräften an den Ventilen arbeiten diese nur noch verzögert, wodurch die erreichbare Kompression sinkt. Dies begrenzt das erzielbare Endvakuum von mehrstufigen Membranpumpen.

Eine Vergrößerung des Schöpfraumes von Membranpumpen (durch höhere Hub der Exzenter scheibe oder größeren Membrandurchmesser) führt zu mechanischen Problemen – wie Membranverschleiß – und erhöhten Vibrationen. Ein größeres Saugvermögen bis zu etwa $20 \text{ m}^3/\text{h}$ pro Pumpe wird daher bevorzugt durch Parallelschaltung von Pumpenköpfen erreicht. Parallelschaltung von mehreren Membranpumpen – möglichst mit gemeinsamer Steuerung – ergibt Pumpstände mit Saugvermögen von bis zu $120 \text{ m}^3/\text{h}$. Membranpumpen kommen daher überwiegend bei Anwendungen im Labor- und Technikumsmaßstab bis hin zu Kilolab-, Pilot- und kleineren Produktionsanlagen zum Einsatz.

Abb. 4 zeigt typische Verschaltungsschemata von vier- und achtzylindrischen Membranpumpen. Bei gleichen Außenabmessungen kann beispielsweise eine vierzylindrische Pumpe ein- bis vierstufig verschaltet werden. Bei einer achtzylindrischen Pumpe kann durch die vakuumseitige Parallelschaltung von möglichst vielen (hier: fünf) Zylindern das Saugvermögen optimiert und gleichzeitig durch nachgelagerte Verdichtung in weiteren Stufen (hier insges. vierstufig) ein sehr gutes Endvakuum von 50 Pa erzielt werden. Für die vakuumtechnischen Daten einer vierzylindrischen Pumpe ergeben sich dann in etwa (vgl. auch Abb. 5):

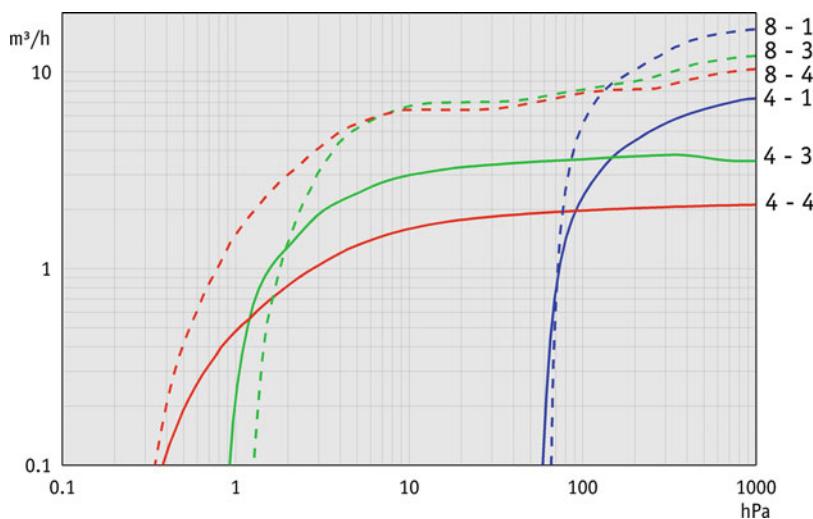


Abb. 5 Saugvermögen von Membranpumpen mit vier und acht Zylindern. Legende rechts: Erste Zahl gibt die Zylinderzahl (4 oder 8) an, die zweite Zahl die Verstufung (1, 3 oder 4)

- einstufig ca. $8 \text{ m}^3/\text{h}$ Saugvermögen bei Atmosphärendruck, 70 hPa Endvakuum,
- dreistufig ca. $4 \text{ m}^3/\text{h}$, ca. 1 h Pa Endvakuum,
- vierstufig ca. $2 \text{ m}^3/\text{h}$, ca. 50 Pa Endvakuum.

Dreistufige Pumpen bieten eine besonders vorteilhafte Kombination von gutem Endvakuum und hohem Saugvermögen.

3.3 Gasballast

Bei der Verdichtung von Dämpfen kann sich besonders in Zylindern, die gegen Atmosphäre ausstoßen, Kondensat bilden. Größere Mengen Kondensat in der Pumpe führen zu reduziertem Saugvermögen und verringriger Lebensdauer von Ventilen und Membranen. Insbesondere Chemie-Membranpumpen werden häufig mit einer Gasballasteinrichtung ausgestattet, die entweder Kondensation verhindert oder gebildetes Kondensat aus der Pumpe ausstößt [7]. Wie bei Drehschieberpumpen können auch elektromagnetische Gasballastventile mit prozessabhängiger Ansteuerung eingesetzt werden [8]. Membranpumpen sind meist deutlich toleranter gegenüber Kondensat als beispielsweise ölgedichtete Drehschieberpumpen.

3.4 Antriebskonzepte

Herkömmliche Membranpumpen werden oft noch durch Wechselstrommotoren mit einer Nominaldrehzahl von 1500 Umdrehungen pro Minute (bei 50 Hz Netzfrequenz) angetrieben. Sie laufen also unabhängig vom Bedarf mit fester Drehzahl. Zunehmend werden Membranpumpen mit drehzahlvariablen Antrieb angeboten, die deutlich bessere Möglichkeiten in Bezug auf Saugvermögen, Endvakuum und insbesondere Vakuum-Regelbarkeit bieten (s. u.).

Drei Arten von drehzahlvariablen Antrieben werden bevorzugt eingesetzt (siehe auch Beispiele in Abb. 6 und 13):

1. Drehstrommotoren mit Frequenzumrichter.
2. Synchronmotoren mit Permanentmagnet-Rotor, die gerade im Teillastbereich und bei niedrigen Drehzahlen eine erhebliche Energieeinsparung bieten.
3. Elektronisch kommutierte, bürstenlose Gleichstrommotoren, die gegenüber Drehstrommotoren mit Frequenzumrichter sehr viel kompakter sind.

Tab. 1 zeigt für drei Pumpentypen, wie bei jeweils gleichem Vakuumaggregat durch den drehzahlvariablen Antrieb das Leistungsvermögen verbessert wird.

Bei Membranpumpen neuerer Bauart ist der Motor voll in das Pumpenaggregat integriert, weist also keine eigene Lagerung der Motorwelle auf. Dies führt zu einem sehr kompakten Pumpenaufbau mit niedrigem Geräusch- und Vibrationsniveau (durch reduzierte Wellenverbiegung und minimierte Anzahl Kugellager).



Abb. 6 Vorne: VACUUBRAND MD 1 VARIO-SP: Saugvermögen max. $1,8 \text{ m}^3/\text{h}$, Endvakuum 100 Pa. Hinten: Membranpumpe MV 10 NT VARIO: Max. $12,1 \text{ m}^3/\text{h}$, Endvakuum 30 Pa (vgl. Tab. 1)

Tab. 1 Membranpumpen unterschiedlichen Typs mit herkömmlichem Motor fester Drehzahl („AC“), Frequenzumrichter-gesteuertem Drehstrommotor („VARIO“) und bürstenlosem 24-V-Gleichstrommotor („VARIO-SP“) (Fa. VACUUBRAND)

Typ	Länge [mm]	Gewicht [kg]	Maximales Saugvermögen [m^3/h]	Endvakuum [Pa]
MD 1 (AC)	303	6,5	1,2	150
MD 1 VARIO-SP	223	4,1	1,8	100
MD 4 NT (AC)	325	16,4	3,8	100
MD 4 NT VARIO	325	18,6	5,7	100
MV 10 NT (AC)	554	30,6	10,4	50
MV 10 NT VARIO	554	31,2	12,1	30

3.5 Gasartabhängigkeit des Saugvermögens und des Endvakums

Saugvermögen und Endvakuum von Membranpumpen werden im Wesentlichen durch das verdrängte Volumen, die Schöpfraumgeometrie sowie die Ventiltätigkeit bestimmt. In der Praxis zeigt sich eine geringfügige Abhängigkeit von der Gasart (Abb. 7). Das bei leichten Gasen bis zu 10 % höhere Saugvermögen (im Vergleich zu Stickstoff) dürfte auf die bessere Füllung der Schöpfräume infolge der unterschiedlichen

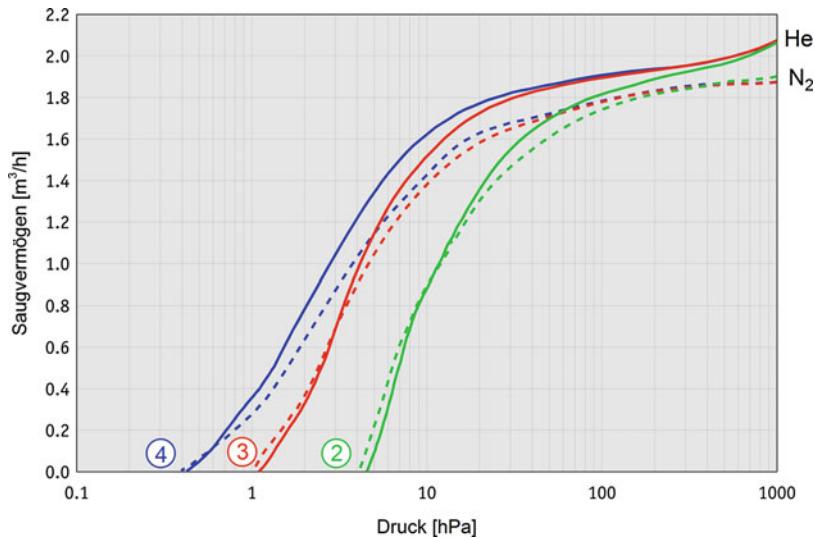


Abb. 7 Saugvermögen von zwei-, drei- und vierstufigen Membranpumpen (Zahlen unten) in Abhängigkeit des Ansaugdrucks für Helium und Stickstoff

Viskosität der Gase zurückzuführen sein [9, 10]. Der Einfluss von Speichereffekten durch das Membranmaterial liegt unterhalb der Messgenauigkeit [11].

3.6 Drehzahlabhängigkeit des Endvakuums

Bei niedrigen Drücken (<10 hPa) sind die auf die Ventile wirkenden Kräfte sehr klein. Dies führt zu einer Drehzahlabhängigkeit des Endvakuums von Membranpumpen (Abb. 8). Offensichtlich benötigen die Ventile bei niedrigen Drücken mehr Zeit, um dem Gasstrom zu folgen. Das beste Endvakuum ergibt sich daher – in Abhängigkeit vom Ventilmaterial – meist bei niedrigeren Drehzahlen als der üblichen Drehzahl 1500 min^{-1} . Dieses Verhalten beeinflusst die Verwendung von Membranpumpen zur Vorpakumerzeugung für Turbomolekularpumpen (s. u.). Eine vierstufige Membranpumpe mit drehzahlgesteuertem Antrieb erreicht mit 30 Pa das niedrigste Endvakuum serienmäßiger Membranpumpen [12]. Die sehr gute Funktion von Membranpumpen auch bei niedrigen Drehzahlen erlaubt eine präzise Vakuumregelung selbst bei kleinen Gasflüssen [13, 14].

3.7 Konstruktionsprinzipien

Pumpenköpfe und Membranen Der geometrischen Gestaltung des Pumpenkopfes kommt eine besondere Bedeutung zu. Durch moderne Fertigungstechniken kann die Geometrie des Pumpenkopfes optimal an den Bewegungsablauf und an die

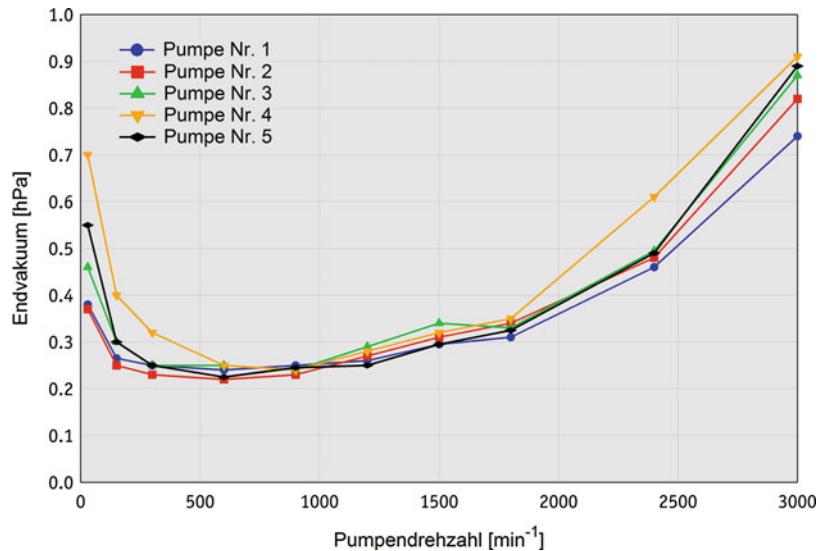


Abb. 8 Drehzahlabhängigkeit des Endvakuums einer Serie von vierstufigen Membranpumpen gleichen Typs

Oberfläche der Membran (und – falls vorhanden – der Spannscheibe) angepasst werden.

Erhebliche Unterschiede gibt es bei den Membrantechnologien: Form- und Strukturmembranen werden um einen – in der Regel metallischen – Kern in einer Form vulkanisiert. Durch Form- oder Strukturmembranen mit minimiertem Totvolumen und/oder tangentialer Einspannung lassen sich Endvakuum-Werte unter 5 hPa mit geringerer Stufenzahl als mit den nachfolgend beschriebenen Flachmembranen erreichen [5, 15]. Zudem werden Spann- und Stützscheibe nicht benötigt, was die Herstellungskosten reduziert.

Flachmembranen werden hingegen bevorzugt aus einer ebenen Elastomerplatte – oft mit Gewebeverstärkung und aufvulkanisierter PTFE-Folie – gestanzt. Abb. 9 zeigt den Aufbau des Pumpenkopfes einer Chemie-Membranpumpe mit Flachmembranen. Die Flachmembran (5) ist außen zwischen Kopfdeckel (3) und Pumpengehäuse und innen zwischen Spann- und Stützscheibe ((4) bzw. (6)) jeweils gasdicht eingespannt. Flachmembran-Pumpen erfordern höheren mechanischen Fertigungsaufwand für diese Bauteile, zeigen jedoch hervorragende Ergebnisse in Bezug auf Saugvermögen, Endvakuum und Membran-Lebensdauer, die meist deutlich über 15.000 Stunden beträgt.

Ventile Als Ventile (2) werden generell gasstromgesteuerte Flatterventile eingesetzt. Dem Wunsch nach einem möglichst guten Leitwert stehen die Notwendigkeit eines minimalen Totvolumens (dieses wächst mit größerem Leitungsquerschnitt zwischen Ventil und Schöpfraum) und einer zuverlässigen Abdichtung am

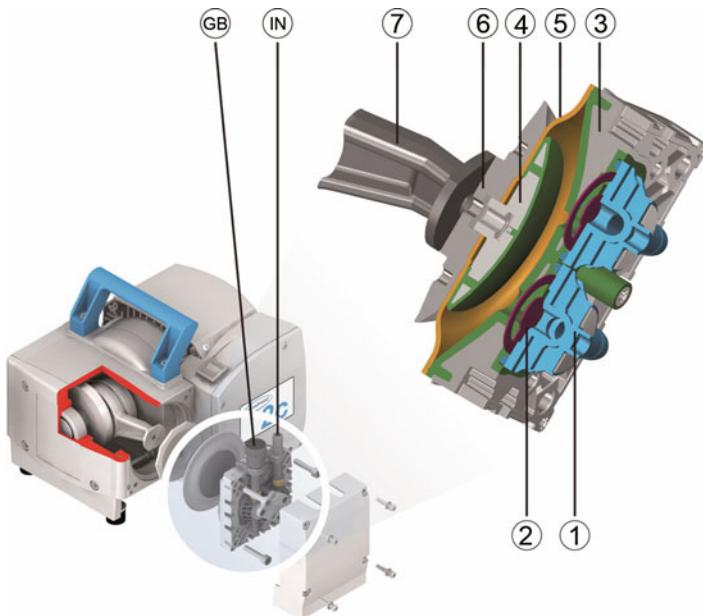


Abb. 9 Explosionsdarstellung einer Membranpumpe (mit Flachmembran) und eines Pumpenkopfes in Chemieausführung: IN = Gaseinlass, GB = Gasballastventil, 1 Ventilinseln (ECTFE, 2x), 2 Ventile (PTFE oder FFKM, 2x), 3 Kopfdeckel (ETFE mit Versteifungskern), 4 Membranspannscheibe (ETFE mit Versteifungskern), 5 Flachmembran aus PTFE mit gewebeverstärkter Elastomer-Unterlage, 6 Membranstützscheibe, 7 Pleuel

Ein- und Auslassventilrand entgegen. Als Materialien für die Ventile werden je nach Anwendungsfall u. a. FKM, PTFE, PEEK oder FFKM verwendet. Einstufige Membranpumpen erreichen auch mit relativ steifen Ventilen (z. B. aus PTFE) ein gutes Endvakuum. Für (mehrstufige) Membranpumpen mit sehr niedrigem Endvakuum benötigt man leichte und flexible Ventile sowie nicht-benetzende und haftungsreduzierte Ventilmaterialien und -sitze. Für vakuumdichtes Abschalten der Pumpe sind elastische und sehr gut dichtende Ventilmaterialien wie FKM oder FFKM erforderlich.

Werkstoffe Es werden sowohl metallische Werkstoffe als auch Kunststoffe für den Aufbau der Pumpenköpfe verwendet. Chemie-Membranpumpen mit medienberührten Teilen aus chemisch hochbeständigen Kunststoffen (wie Fluorkunststoffen) haben bei korrosiven oder kondensierenden Medien wesentliche Vorteile gegenüber anderen Pumpentypen.

Für die Gaszu- und abfuhrung in Chemie-Membranpumpen wird häufig ein mechanisch bearbeiteter PTFE-Block mit entsprechenden Bohrungen eingesetzt. Gegen das „Wegkriechen“ des PTFE unter Last muss dieses gekammert, also von einem metallischen Bauteil umgeben werden. Alternativ kommen für die Gasführung (z. B. vom Einlass (IN) in den Schöpfraum) federnd verspannte Ventilinseln

(1) aus hochfesten Fluorkunststoffen zum Einsatz. Das Gasballastventil (GB) erlaubt die optionale Beimischung von Gas (meist Luft), um Kondensation in der Pumpe zu vermeiden.

An den Kopfdeckel (3) und die Spannscheibe (4) werden hohe Anforderungen bezüglich chemischer Beständigkeit und mechanischer Stabilität gestellt. So ist für einen geräuscharmen Lauf und konstant hohe Leistungsdaten der Chemie-Membranpumpe eine maximale mechanische Verformung dieser Bauteile von nur 0,1 mm zulässig – und dies über viele Betriebsjahre hinweg und unter hoher mechanischer, chemischer und thermischer Belastung. Die Umspritzung eines metallischen Versteifungskerns mit einer dicken ($>0,5$ mm) Schicht aus thermoplastischen Fluorkunststoffen ergibt chemisch hochbeständige und zugleich thermisch und mechanisch dauerfeste Bauteile.

3.8 Anwendung von Membranpumpen im Chemielabor

In den letzten Jahrzehnten hat sich die Chemie-Membranpumpe im chemischen Labor für die Vakuumerzeugung von Atmosphärendruck bis etwa 1 hPa durchgesetzt [16]. Ihre chemisch hochbeständigen medienberührten Materialien erlauben einen nahezu universellen Einsatz. Eine Chemie-Membranpumpe benötigt – anders als eine ölgedichtete Drehschieberpumpe – keine vakuumseitige Tiefkühlfalle zu ihrem Schutz. Membranpumpen können insbes. mit Gasballast erhebliche Mengen an Lösemitteldämpfen fördern. Daher kann bei Membranpumpen die Kondensation abgepumpter Lösemittel auf der Auslassseite bei Atmosphärendruck erfolgen. Dazu genügt ein einfacher Kühlmittelkreislauf mit z. B. 10 °C Vorlauftemperatur an einem Emissionskondensator. Dies reduziert den Aufwand und die Betriebskosten im Vergleich zu Tiefkühlfallen (meist mit flüssigem Stickstoff oder Trockeneis) erheblich.

Chemie-Membranpumpen werden häufig als kompakte, einsatzfertige Pumpstände mit entsprechenden Emissionskondensatoren und mit Vakuumregelung für vielfältige Vakumanwendungen im Chemie-Labor angeboten (Abb. 10) [16]. Mittlerweile sind auch Emissionskondensatoren mit Peltierkühlelementen – für autarken Betrieb ohne flüssige Kühlmittel – erhältlich (Fa. VACUUBRAND „Peltronic“).

Der Vakuumregelung kommt bei Anwendungen im Chemielabor besondere Bedeutung zu [13, 14]. Während bei vielen anderen Vakumanwendungen gilt „je tiefer das Vakuum, umso besser“, werden beispielsweise Verdampfungsprozesse am besten exakt am Siededruck des zu verdampfenden Stoffes betrieben. Moderne Vakuum-Controller detektieren nicht nur vollautomatisch den Siededruck, sondern führen das Vakuum auch ohne jeden Benutzereingriff bei Änderungen des Siededrucks nach (Abb. 10). Dazu wird der aktuelle Prozessdruck mit einem präzisen Vakuumsensor erfasst, die geförderte Dampfmenge berechnet und die Drehzahl der Membranpumpe bedarfsgerecht und punktgenau geregelt. Durch die Nachführung des Vakuums bleibt die Verdampfung auf konstant hohem Niveau, wodurch minimale Prozesszeiten bei gleichzeitig hoher Prozesssicherheit erzielt werden [16].

Abb. 10 VACUUBRAND Chemie-Membranpumpstand PC 3001 VARIO^{pro}. Max. Saugvermögen 2,0 m³/h, Endvakuum 2 hPa, mit Lösemittellrückgewinnung (Emissionskondensator). Vakuumregelung über die Pumpendrehzahl mit Hilfe des integrierten Vakuum-Controllers



Chemie-Membranpumpen bieten dank ihrer hohen Chemikalienbeständigkeit, ihrer Ölfreiheit, des Fehlens gleitender Dichtungen sowie der hermetischen Abdichtung des Schöpfraumes gegen den Antriebsbereich hervorragende Voraussetzungen für die Vermeidung von Zündquellen. Sie werden daher auch mit ATEX-Zulassung für das Fördern von explosionsfähigen Gemischen und ggf. auch für die Aufstellung in solchen EX-Bereichen angeboten [17], mittlerweile auch mit drehzahlvariablen Antrieb.

3.9 Membranpumpen als Vorpumpen für Turbomolekularpumpen

Turbopumpen werden sehr weit verbreitet zur Erzeugung von Hoch- und Ultra-hochvakuum für verschiedenste Anwendungen eingesetzt. Abgesehen von Spezialanwendungen und bei sehr großen Saugvermögen kommen immer häufiger Weitbereich-Turbomolekularpumpen mit integrierter Molekularpumpstufe zum Einsatz. Diese verbessert die Vorpakuumbeständigkeit der Turbopumpe bis in den hPa-Bereich, wodurch nicht nur ölgedichtete Drehschieberpumpen (Endvakuum typ. bis 0,1 Pa), sondern auch Membranpumpen (typ. bis 50 Pa) als Vorpumpen eingesetzt werden können [12].

Diese Kombination ergibt ein sehr leistungsfähiges und insbesondere ölfreies System. Der Wartungsaufwand für eine Membranpumpe ist deutlich geringer als für eine Drehschieberpumpe, da die Ölwechsel sowie die Entsorgung des Altöls entfallen. Auch die Gefahr des Diffundierens von Öldampf oder sogar eines Ölrückstiegs – beispielsweise in Folge eines Stromausfalls – in die Turbopumpe und die Hochvakuumkammer ist gebannt.

Membranpumpen weisen keine schleifenden Dichtungen auf, im Gegensatz zu Scroll- und Kolbenpumpen. Diese schleifenden Dichtungen (z. B. aus PTFE/Kohle) erzeugen häufig Abrieb, der als Staub in die Turbopumpe und das Hochvakuum-System zurückwandern und diese verschmutzen kann. Für partikelfreie Anwendungen sind daher Membranpumpen zu bevorzugen.

Die Wahl der Größe der Vorvakuumpumpe hängt von verschiedenen Faktoren ab, u. a. der gewünschten Auspumpzeit (Abb. 11). Die Abbildung zeigt den Druck in einem 100-Liter-Vakuumbehälter über der Zeit für drei verschiedene Vorvakuumpumpen. Für die Auspumpzeit ist das Saugvermögen der Vorpumpe entscheidend und weniger ihr Endvakuum. Unterdimensionierte Vorpumpen (wie in diesem Fall die 4-stufige Membranpumpe mit max. Saugvermögen $0,5 \text{ m}^3/\text{h}$) führen zu sehr langen Auspumpzeiten bis zum Hochlaufen der Turbopumpe.

Soll die Weitbereich-Turbomolekularpumpe vorwiegend in einem hohen Druckbereich – also bei großer Gaslast – eingesetzt werden, so muss die Saugleistung der Membranpumpe so dimensioniert werden, dass sie den maximalen Gasdurchsatz der

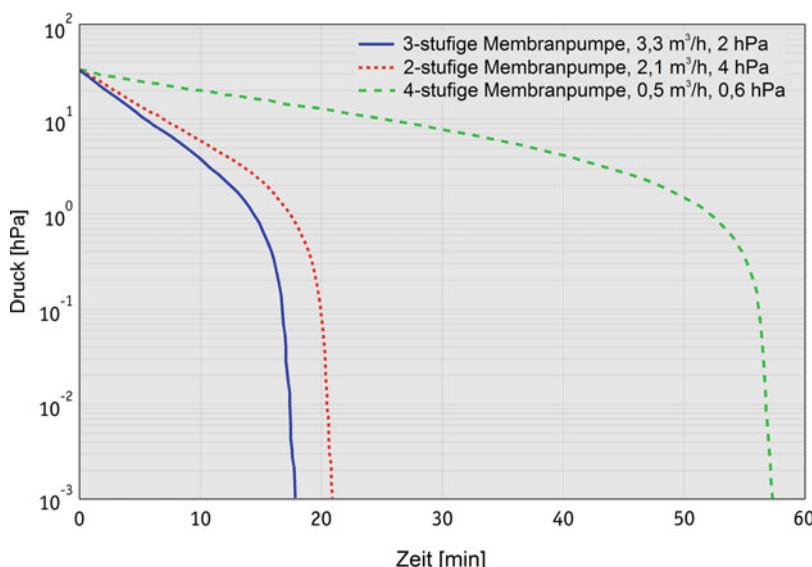


Abb. 11 Auspumpzeit eines 100-Liter-Vakuumbehälters mit einer Weitbereich-Turbomolekularpumpe (20 l/s) für drei verschiedene Vorvakuumpumpen (Legende mit Angabe von maximalem Saugvermögen und Endvakuum der Vorvakuumpumpen)

Weitbereich-Turbomolekularpumpe weiterbefördern kann, ohne dass das zulässige Vorpunktvakuum der Turbopumpe überschritten wird. Hierfür ist ein hohes Saugvermögen der Membranpumpe bis nahe an ihr Endvakuum entscheidend.

Ein tiefes Endvakuum der Vorpumpe verhindert wegen der reduzierten Gasreibung die Leistungsaufnahme und die Kühlansforderungen der Turbopumpe. Zudem verbessert ein tiefes Vorpunktvakuum das Endvakuumverhalten der Turbopumpe und die Kompression für leichte Gase. Die Membranpumpe sollte deshalb ein Endvakuum von unter 5 hPa haben, obwohl manche Weitbereich-Turbomolekularpumpen ein Vorpunktvakuum bis zu 30 hPa tolerieren.

Neben dem niedrigen Endvakuum und dem hohen Saugvermögen bis nahe an das Endvakuum sind weitere Entscheidungskriterien für Membranpumpen der sichere Anlauf gegen Vakuum (für sicheren Wiederanlauf nach Stromausfall), niedriges Geräusch und wenig Vibration sowie das Wartungsintervall. Letzteres wird im Wesentlichen durch die Membran- und Ventillebensdauer bestimmt. Entscheidend ist hier nicht die Zeit bis zum Totalausfall, sondern die Zeit, bis sich das Endvakuum der Membranpumpe soweit verschlechtert hat, dass das zulässige Vorpunktvakuum der Turbopumpe überschritten wird.

Hohe Saugvermögen bis nahe an das Endvakuum und Membranstandzeiten (mit stabilem Endvakuumverhalten) von mehr als 15.000 Stunden sind mit Flachmembranen und optimierter Geometrie erreichbar. Die Wartungsintervalle lassen sich mit drehzahlgeregelten Membranpumpen (z. B. VACUUBRAND „VARIO“) noch deutlich erhöhen [12].

Beim Einsatz mit Weitbereich-Turbomolekularpumpen ermöglichen drehzahlgezielte Membranpumpen im Vergleich zu Pumpen mit fester Drehzahl eine deutliche Verbesserung der Leistungsfähigkeit des Gesamtsystems. Beim Abpumpen des Vakuumsystems oder bei einem Prozess mit hohem Gasdurchsatz wird die Drehzahl der Membranpumpe bedarfshängig bis auf 2400 min^{-1} erhöht, wodurch sich die Auspumpzeit bis 10 hPa mit einer drehzahlgeregelten Membranpumpe um ca. 30 % verkürzt. Bei Erreichen des Endvakuum der Membranpumpe wird ihre Drehzahl erheblich reduziert. Durch einen speziellen Regelalgorithmus kann automatisch diejenige Drehzahl eingestellt werden, die das beste Endvakuum der Membranpumpe liefert (Fa. VACUUBRAND „Turbo- Mode“, vgl. auch Abb. 8).

Im Hoch- oder Ultrahochvakumbetrieb ist der von der Weitbereich-Turbomolekularpumpe geförderte Massenstrom gering. In vielen Fällen ist eine Drehzahl der Membranpumpe von $< 700 \text{ min}^{-1}$ ausreichend, um diesen Gasdurchsatz zu fördern. Diese bewusste Drehzahlabsenkung führt nicht nur zu besserem Endvakuum, sondern auch zu einer Reduzierung der durchschnittlichen Hubbewegungen und damit zu einer wesentlich längeren Membranlebensdauer. Die Wartungsintervalle drehzahlgeregelter Membranpumpen können dadurch die hohen Standzeiten von über 40 000 Stunden von Turbopumpen erreichen [12]. Außerdem ist die Membranpumpe bei dieser Betriebsart sehr geräusch- und vibrationsarm.

Der Einfluss der Membranpumpe als Vorpumpe auf das Restgasspektrum der Turbomolekularpumpe, insbesondere auf den Anteil des Wasserstoffs, wird in [11] und [18] diskutiert und ist in Abb. 12 dargestellt. Wie am Wasserstoffpartialdruck im Hochvakuum (unterer Bildteil in Abb. 12) erkennbar ist, wird dieser durch die

Abb. 12 Restgaszusammensetzung einer Turbomolekularpumpe im Hochvakuum (*unterer Bildteil*) in Abhängigkeit des Vorpakums (*oberer Bildteil*). Membranpumpe im 50-Hz-Betrieb (bei 1500 min^{-1}): Vorpakum an der Turbomolekularpumpe ca. 0,3 hPa. Betrieb der Membranpumpe mit selbst-optimierter Drehzahl im „Turbo-Mode“ (ca. 700 min^{-1}): Vorpakum ca. 0,1 hPa

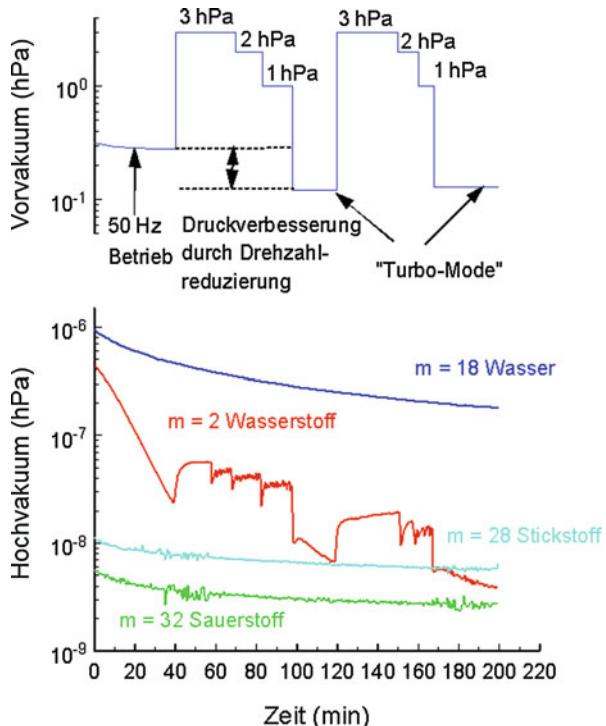


Abb. 13 Kompakte Membranpumpe als Vorpumpe für Turbomolekularpumpen in Lecksuchern: VACUUBRAND MD 1 VARIO-SP mit 24 V DC-Motor: Max. Saugvermögen $1,8\text{ m}^3/\text{h}$, Endvakuum 1 hPa, Gewicht 4,1 kg. Zum Vergleich: MD 1 (gleiches Pumpaggregat) mit AC-Motor (schattiert angedeutet): $1,2\text{ m}^3/\text{h}$, 1,5 hPa, 6,5 kg, ca. 80 mm länger als die Gleichstromvariante

Variation des Vorvakums (oberer Bildteil) beeinflusst. Durch die Verbesserung des Vorvakums (durch Betrieb der Membranpumpe im „Turbo-Mode“) in einen Bereich mit höherem Kompressionsverhältnis der Turbomolekularpumpe wird der Wasserstoffpartialdruck deutlich reduziert. Ein Einfluss auf den Wasserstoffpartialdruck durch Speicherung im Membranmaterial konnte im Rahmen der Messgenauigkeit nicht festgestellt werden [11].

Membranpumpen werden aufgrund ihres hohen Saugvermögens gerade für leichte Gase, ihrer Freiheit von Abrieb und der langen Wartungsintervalle verbreitet in „trockenen“ Helium-Lecksuchern eingesetzt. Drehzahlgeregelte Membranpumpen weisen besonders niedrige Geräuschpegel und Leistungsaufnahmen auf. Eine kompakte dreistufige Membranpumpe mit elektronisch geregelter Gleichstromantrieb (im Vergleich zu einem herkömmlichen AC-Motor) für mobile, trockenlaufende Lecksucher zeigt Abb. 13.

Für Korrosivgas-Anwendungen werden ausschließlich Chemie-Membranpumpen verwendet, deren medienberührte Teile aus chemiebeständigen Materialien, wie Fluorkunststoffen, aufgebaut sind.

3.10 Membranpumpen in Kombination mit anderen Vakuumpumpen

Die Kombination einer Drehschieberpumpe mit einer Chemie-Membranpumpe (Fa. VACUUBRAND Chemie-HYBRID-Pumpe) ist im chemischen Labor für Anwendungen im Feinvakumbereich wie die Gefriertrocknung sehr verbreitet (Abb. 14). Die Chemie-Membranpumpe evakuiert permanent den Ölkasten der Drehschieberpumpe auf einen Druck nahe 20 hPa. Damit werden die Kondensations- und Korrosionsprobleme im Bereich der ölgedichteten Drehschieberpumpe für fast alle denkbaren Fälle vermieden [19, 20]. Die nachgeschaltete Chemie-Membranpumpe verträgt die Kondensation meist problemlos.

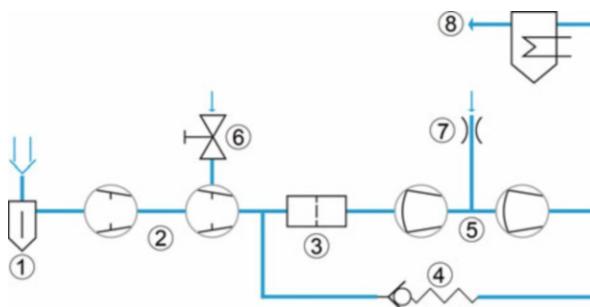


Abb. 14 Schematischer Aufbau eines Chemie-HYBRID-Pumpstands (Fa. VACUUBRAND): 1 saugseitiger Abscheider (optional), 2 Drehschieberpumpe (zweistufig), 3 Ölabscheider mit 4 Überdruckventil, 5 Membranpumpe (zweistufig), 6 Gasballast Drehschieberpumpe (schaltbar), 7 Gasballast Membranpumpe (permanent), 8 Emissionskondensator (optional)

Die Kombination von Klauen- oder Schraubenpumpen mit einer kleinen, bedarfsweise zugeschalteten Membranpumpe kann die Leistungsaufnahme des großen Trockenläufers, der dann nicht mehr auf Atmosphärendruck verdichten muss, im Endvakuumbereich um bis zu 70 % reduzieren.

Literatur

1. Bez, E., Guarnaccia, D.G.: Operational experience with totally oil-free rough vacuum pumps. Vacuum **41**(7–9), 1819–1821 (1990)
2. Hablanian, M., Bez, E., Farrand, J.L.: Elimination of backstreaming from mechanical vacuum pumps. J. Vac. Sci. Technol. **A5**, 2612–2615 (1987)
3. Hablanian, M.H.: The emerging technologies of oil-free vacuum pumps. J. Vac. Sci. Technol. **A6**, 1177–1182 (1988)
4. Bahnen, R.: Völlig ölfreie neue Vorvakuumpumpe für saubere Anwendungen. Vakuum in Forschung und Praxis **4**, 279–283 (1998)
5. Becker, E.: Membranpumpen mit mechanischem Membranantrieb für Gase. Vulkan Verlag, Essen (1997)
6. Bickert, P., Eckle, F.J., Lachenmann, R., Rüster, G.: Die Membranpumpe – Entwicklung und technischer Stand. Vakuum in der Praxis **3**, 165–171 (1993)
7. Lachenmann, R.: Oil reservoir evacuation for pumping condensable vapours through oil sealed rotary vane pumps. Vacuum **38**(8–10), 659–663 (1988)
8. Hauser, E.: Diaphragm Pumps and Systems for Gases, Vapours, and Liquids. GIT Lab. J. **4**, 184–185 (2002)
9. Eckle, F.J.: Diaphragm Pumps. Handbook of Vacuum Science and Technology, 84–96. Academic Press, San Diego (1998)
10. Eckle, F.J., Bickert, P., Lachenmann, R., Wortmann, B.: Pumping speed of diaphragm pumps for various gases. Vacuum **47**(6–8), 799–801 (1996)
11. Lachenmann, R.: The influence of backing turbomolecular pumps on the hydrogen partial pressure in high vacuum Systems. Zpravodaj CVS (Bulletin of the Czech Vacuum Society) **10**(3/4), 2–7 (2001)
12. Dirscherl, J.: Membranvakuumpumpen als Turbo-Vorpumpen. Vakuum in der Praxis **3**, 11–14 (2010)
13. Dirscherl, J.: Vakuumregelung im Chemielabor. GIT Labor Fachz. **6**, 750–752 (2000)
14. Dirscherl, J., Lachenmann, R., Dunin von Przychowski, M.: Schnellere Verdampfung mit geringerem Bedienaufwand durch neue Algorithmen. GIT Labor Fachz. **6**, 711–713 (2002)
15. Möckel, H.: Membranpumpen mit hoher Kompression durch tangentiale Membraneinspannung. Vak. Forsch. Prax. **5**, 273–275 (2001)
16. Dirscherl, J., Gitmans, F.: Vakuumpumpstände der Zukunft. GIT Labor Fachz. **4**, 253–255 (2009)
17. Dirscherl, J.: Mit Sicherheit Vakuum. cav chemie – anlagen und verfahren, **1**, 32–33 (2010)
18. Lachenmann, R., Dirscherl, J.: Advanced performance of small diaphragm vacuum pumps through the use of mechatronics. Appl. Phys. A **78**, 671–673 (2004)
19. Eckle, F.J., Bickert, P., Lachenmann, R.: Rotary vane and roots pumps backed by diaphragm pumps – progress in corrosive applications and clean vacuum requirements. Vacuum **46**(8–10), 793–796 (1995)
20. Dirscherl, J.: Chemie-Hybrid-Pumpen setzen sich durch. GIT Labor Fachz. **10**, 1166–1168 (2000)



Einwellige Rotationsverdrängerpumpen

14

Karl Jousten, Alfons Jünemann und Boris Kossek

Zusammenfassung

Einwellige Rotationsverdrängerpumpen waren die ersten der modernen industriellen Pumpentypen. Sie wurden um 1900 entwickelt. Allen Typen gemeinsam, auch den später entwickelten, ist das Funktionsprinzip der Volumenverdichtung während eines Umlaufs, beginnend mit einem großen Volumen am Ansaugteil, endend mit einem kleinen Volumen am Ausstoßteil. Einwellige Rotationsverdrängerpumpen werden vor allem im Grob- und Feinvakuum oder als Vorpumpen von Hochvakuumpumpen eingesetzt.

1 Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen

Die Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe wurde bereits 1890 als sogenannte Wasserringpumpe in der heutigen Grundform erfunden. Aufgrund ihres robusten Betriebsverhaltens und ihrer besonderen Eigenschaften gehört diese Verdichterbauart zu den wichtigsten Vakuumpumpen in der chemischen Verfahrenstechnik. Aber auch in anderen Industriezweigen hat sie als Hauptpumpe oder als Vorpumpe in Kombination mit anderen Vakuumpumpen zum Erzeugen von Grob- und Feinvakuum eine starke Verbreitung gefunden. Bewährte Anwendungen gibt es beispielsweise in der

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

A. Jünemann

Flowserve SIHI GmbH, Itzehoe, Deutschland

E-Mail: AJuenemann@flowserve.com

B. Kossek

Busch Produktions GmbH, Maulburg, Deutschland

E-Mail: boris.kossek@busch.de

Energieerzeugung, der Kunststoffindustrie, der Medizintechnik, der Nahrungsmittel- und Getränkeindustrie, der Baustoffindustrie und der Papierherstellung.

Mit Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen können fast alle Gase und Dämpfe gefördert werden. Diese Maschinen sind charakterisiert durch das ölfreie Arbeitsprinzip, ein niedriges Temperaturniveau und die Möglichkeit auch Flüssigkeiten mitzufördern. Zunehmende Bedeutung gewinnt der Einsatz als verfahrenstechnische Maschine, wo in der Pumpe gezielt ein Wärme- und Stoffaustausch stattfindet oder chemische Reaktionen durchgeführt werden.

Flüssigkeitsringverdichter werden gebaut für Ansaugvolumenströme von weniger als $10 \text{ m}^3/\text{h}$ bis über $10.000 \text{ m}^3/\text{h}$.

1.1 Aufbau und Funktionsweise

Bei der Flüssigkeitsringpumpe erfolgt der Impuls- und Energieübertrag auf das zu fördernde Medium durch einen rotierenden Flüssigkeitsring (Abb. 1). Dieser wiederum wird von einem Flügelrad erzeugt. Durch den intensiven Kontakt des Fördergases mit der Betriebsflüssigkeit wird eine nahezu isotherme Verdichtung erreicht.

Das Flügelrad ist exzentrisch in dem zylindrischen Gehäuse (Mittelkörper) gelagert. Während des Betriebes wird die Betriebsflüssigkeit von dem rotierenden Flügelrad mitgerissen und durch die Fliehkraft nach außen befördert. Dadurch bildet sich ein gleichförmiger Flüssigkeitsring aus. Das Flügelrad taucht auf der einen Seite aus dem Flüssigkeitsring aus und auf der anderen Seite wieder ein. Die Flügelradschaufeln bilden

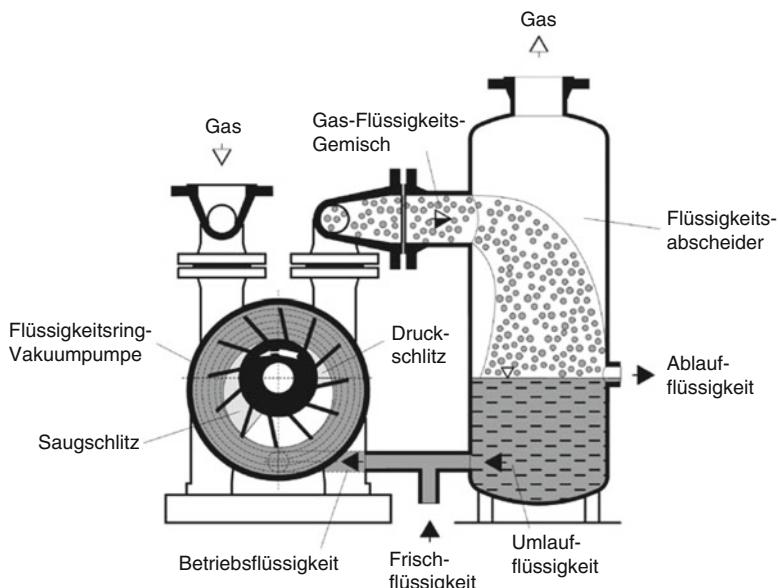


Abb. 1 Funktionsprinzip der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe

zusammen mit dem Flüssigkeitsring voneinander getrennte Zellen, so dass während einer Radumdrehung die Flüssigkeit kolbenartig aus den Radzellen aus- und eintritt.

Die seitliche Begrenzung der Radzellen übernehmen Steuerscheiben, die mit Saug- und Drucköffnungen versehen sind. Im Bereich der austauschenden Schaufeln ist der Saugschlitz angeordnet. Der Druckschlitz befindet sich auf der gegenüberliegenden Seite im Bereich der wieder eintauchenden Schaufeln.

Die Betriebsflüssigkeit hat neben der Verdichtung des Fördergases weitere Aufgaben. Das sind die Abdichtung im Axialspalt zwischen Flügelrad und Steuerscheibe sowie die Abführung der Verdichtungswärme aus dem Fördergas. Aufgrund eines intensiven Kontaktes zwischen Gas und Flüssigkeit wird die während der Kompression erzeugte Wärme von der Betriebsflüssigkeit vollständig aufgenommen. Dadurch steigt die Temperatur des zu fördernden Gases nur wenig, so dass man von einer quasi isothermen Verdichtung ausgehen kann. Im Vergleich zu anderen Vakuumpumpenbauarten sind die Abgastemperaturen gering.

Beim Betrieb der Pumpe wird ständig ein Teil der den Ring bildenden Flüssigkeit mit dem Fördergas auf der Druckseite ausgestoßen. Die Zuführung der Betriebsflüssigkeit erfolgt über einen dafür vorgesehenen Anschluss.

Als Betriebsflüssigkeit wird bei den meisten Anwendungen Wasser verwendet. Werden aber, wie z. B. in der chemischen und pharmazeutischen Industrie, reaktive Gase und Dämpfe gefördert, so müssen bei der Wahl der Betriebsflüssigkeit die chemischen Eigenschaften des Fördermediums berücksichtigt werden.

1.2 Betriebseigenschaften und Auslegung

Das Förderverhalten der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe wird von den physikalischen Eigenschaften der Betriebsflüssigkeit, insbesondere dem Dampfdruck (► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“), beeinflusst.

Beim Ansaugen trockener Gase verdampft auf der Saugseite der Vakuumpumpe eine geringe Menge der Betriebsflüssigkeit. In der Radzelle stellt sich der Sättigungszustand ein, wodurch für die Gasförderung dann nur noch ein Teil des Zellenvolumens zur Verfügung steht.

In einem dampfgesättigten Gasgemisch ist der Partialdruck des Dampfes gleich dessen Dampfdruck. Nach dem Daltonschen Gesetz (► Abschn. 1.4 im Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) ist der Anteil des Dampfes proportional dem Partialdruck:

$$\frac{V_{\text{Dampf}}}{V_{\text{ges}}} = \frac{p_{\text{Dampf}}}{p_{\text{ges}}} \quad (1)$$

Wie viel Fördervolumen der einzelnen Radzellen tatsächlich für die Gasförderung zur Verfügung steht, hängt somit von der Temperatur bzw. dem Dampfdruck der Betriebsflüssigkeit und vom Ansaugdruck ab.

Beim Ansaugen von dampfgesättigten Gasen findet in den saugseitigen Radzellen kein Verdampfen der Betriebsflüssigkeit statt, so dass das gesamte Zellenvolumen für die

Gasförderung zur Verfügung steht und keine Verminderung des Saugvermögens eintritt. Wenn Dampf aus dem Fördergasgemisch durch Abkühlung beim Eintritt in die Pumpe kondensiert, resultiert daraus eine zusätzliche Erhöhung des Saugvermögens. Diese Kondensationswirkung ist besonders groß bei heißen dampfgesättigten Gasgemischen.

In Abb. 2 ist das Saugvermögen und der Leistungsbedarf als Funktion des Ansaugdruckes für die Förderung von trockener und wasserdampfgesättigter Luft dargestellt.

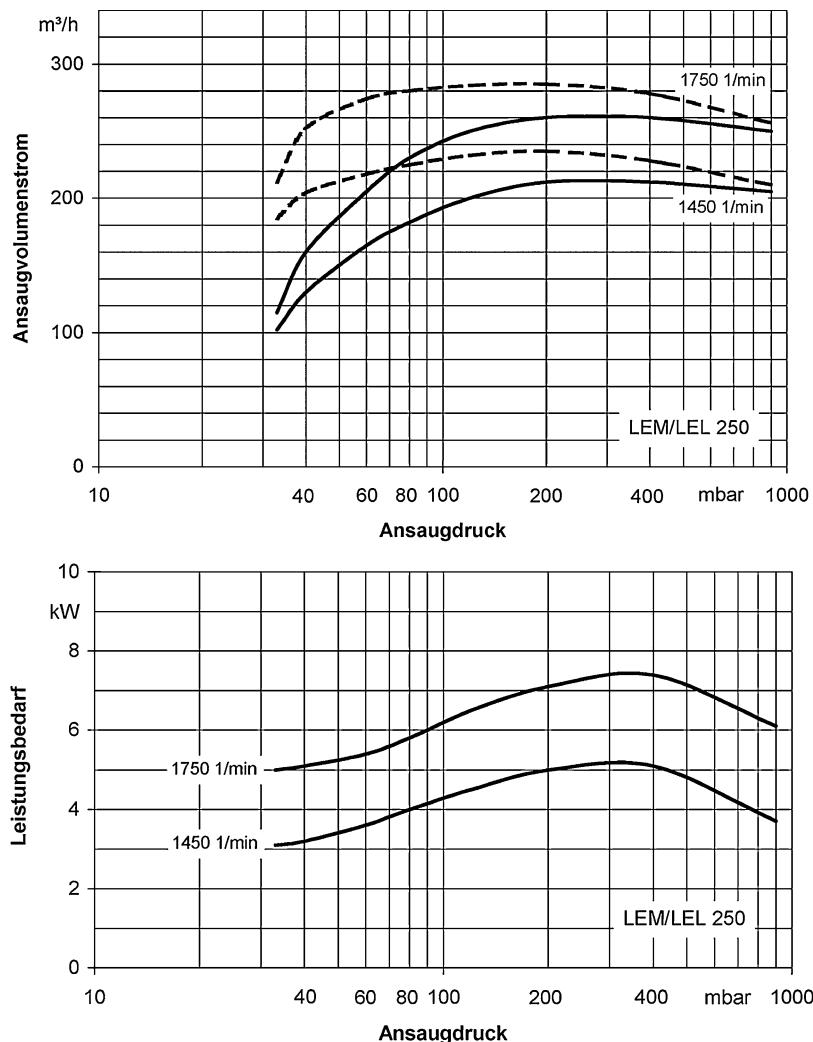


Abb. 2 Kennlinien der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe LEM/LEL 250 (Sterling SIHI), Saugvermögen (Ansaugvolumenstrom) und Leistungsbedarf als Funktion des Ansaugdruckes bei verschiedenen Drehzahlen

Im Allgemeinen können heutige Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen bei Ansaugdrücken bis ca. 30 mbar (hPa) betrieben werden.

Die gestrichelten Kurven (Abb. 2) zeigen das erhöhte Saugvermögen bei Förderung von wasserdampfgesättigter Luft durch den Kondensationseffekt.

Die in Katalogen der Hersteller angegebenen Saugvermögen (Ansaugvolumenströme) werden als Funktion des Ansaugdruckes dargestellt. Sie gelten für trockene oder wasserdampfgesättigte Luft als Fördermedium bei 20 °C und Wasser als Betriebsflüssigkeit bei 15 °C. Der Verdichtungsdruck ist dabei der Atmosphärendruck von 1013 mbar (hPa). Basis für die Ermittlung der Kennlinien sind die in der DIN 28431 [1] festgelegten Abnahmeregeln.

Bei der Auslegung von Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen werden die Katalogdaten auf die tatsächlichen Betriebsbedingungen des jeweiligen Anwendungsfalles umgerechnet. Die Einflüsse auf die Leistungsaufnahme und insbesondere auf das Saugvermögen können für abweichende Betriebsbedingungen beachtlich sein. Neben den Temperaturen des abzusaugenden Mediums und der Betriebsflüssigkeit ist von maßgeblicher Bedeutung, ob das Fördergas trocken oder dampfgesättigt ist.

Bei Anwendung des Daltonschen Gesetzes (Gl. 1) und unter der Annahme, dass sich die Temperatur ϑ_A der geförderten Luft bis zu deren Eintritt in die Flügelradzellen auf die Temperatur ϑ_B des Betriebswassers angeglichen hat, ergibt sich das Saugvermögen S zu:

$$S_{A,\text{trocken}} = S_K \cdot \left(\frac{\vartheta_A + 273}{\vartheta_B + 273} \cdot \frac{288}{293} \cdot \frac{p_A - p_{d,B}}{p_A - 17,04 \text{ hPa}} \right) \quad (2)$$

Darin ist S_K das Saugvermögen bei dem Ansaugdruck p_A (in hPa) entsprechend Katalogbedingungen (DIN 28431). Der Ausdruck in der Klammer berücksichtigt die von 20 °C (293 K) abweichende Lufttemperatur und die von 15 °C (288 K) abweichende Betriebswassertemperatur. Zu beachten ist, dass der Dampfdruck $p_{d,B}$ eine Funktion der Betriebsflüssigkeitstemperatur ϑ_B ist. Der Wert 17,04 hPa steht hier für den Dampfdruck des Wassers bei der Temperatur 15 °C (Tab. 4 in ► Abschn. 3 im Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“).

Für die Bestimmung des Fördervolumenstromes beim Ansaugen gesättigter Luft muss das Daltonsche Gesetz auch für das Saugvermögen angewendet werden:

$$S_{A,\text{gesättigt}} = S_{A,\text{trocken}} \cdot \left(1 + \frac{p_{d,A}}{p_A - p_{d,A}} \right) \quad (3)$$

Hier ist der Dampfdruck $p_{d,A}$ eine Funktion der Ansaugtemperatur ϑ_A .

In der Praxis folgt die Veränderung des Saugvermögens nicht exakt diesen idealisierten Gesetzmäßigkeiten. Deshalb wurden aus umfangreichen Messreihen empirische Gleichungen ermittelt. Abb. 3 zeigt z. B. den Einfluss der Betriebsflüssigkeitstemperatur für zweistufige Vakuumpumpen.

Für die Verdichtung von trockener Luft und der Verwendung von Wasser als Betriebsflüssigkeit ergibt sich danach das Saugvermögen der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe aus:

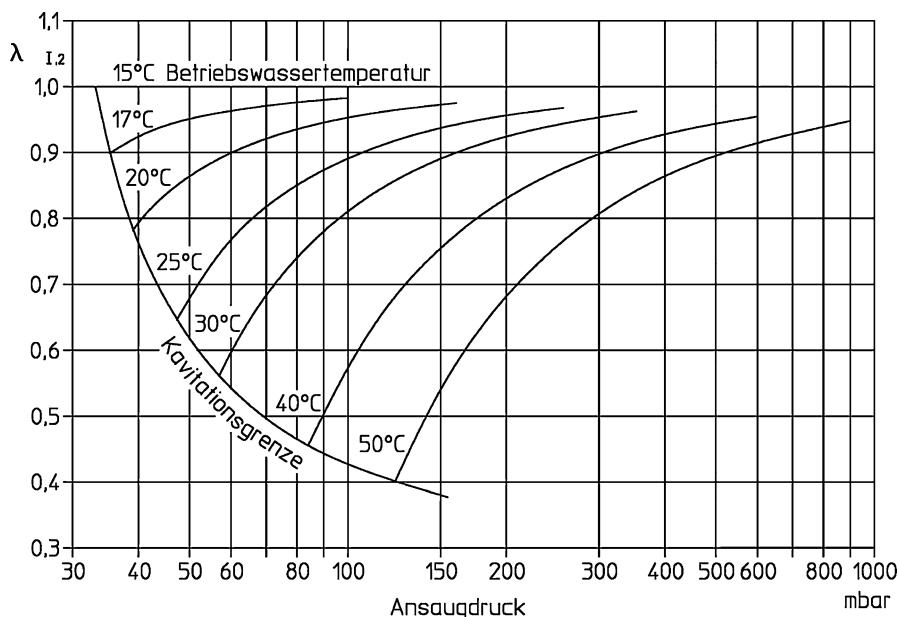


Abb. 3 Einflussfaktor λ auf das Saugvermögen einer zweistufigen Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe als Funktion des Ansaugdruckes bei unterschiedlichen Betriebsflüssigkeitstemperaturen

$$S_A = S_K \cdot \lambda \quad (4)$$

Der erforderliche λ -Wert kann aus dem Diagramm (Abb. 3) bei Kenntnis der Betriebsflüssigkeitstemperatur für den vorliegenden Ansaugdruck abgelesen werden.

Wird die Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe in der Nähe des Dampfdruckes der Betriebsflüssigkeit betrieben, so kann in der Pumpe Kavitation auftreten. Dabei bilden sich im Flüssigkeitsring Dampfblasen, die während der Kompressionsphase schlagartig zusammenfallen und dadurch erhebliche Druck- und Schallschwingungen verursachen. Die Folge können Zerstörungen an Bauteilen, insbesondere an den Flügelrädern und den Steuerscheiben sein. Die in Abb. 3 als Kavitationsgrenze bezeichnete Linie gilt als Richtwert für den Ansaugdruck, der bei vorgegebener Betriebsflüssigkeitstemperatur für einen kavitationsfreien Betrieb nicht unterschritten werden sollte.

Bei der Auslegung der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen für komplexere Einsatzfälle müssen zusätzlich auch die Gasart, die Art der Betriebsflüssigkeit, abweichende Verdichtungsdrücke oder auch eine eventuelle Flüssigkeitsförderung berücksichtigt werden.

Die Betriebsflüssigkeit erwärmt sich beim Durchströmen der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe. Der mit der Betriebsflüssigkeit abzuführende Wärmestrom ergibt sich im Wesentlichen aus der Verdichtungswärme und der Kondensationswärme, wobei die Verdichtungswärme annähernd der Antriebsleistung der Vakuumpumpe entspricht. Die Kondensationswärme muss bei Dampfanteilen im Ansaugstrom

berücksichtigt werden. Besonders groß ist der Kondensationseffekt bei kleinen Ansaugdrücken und höheren Ansaugtemperaturen.

Die Wärmebilanz basiert auf dem Gleichgewicht der zu- und abgeführten Wär mestrome. Die Temperatur des komprimierten Gases und der Betriebsflüssigkeit beim Austritt am Druckstutzen kann damit berechnet werden.

1.3 Bauarten

Die verschiedenen Arten der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen unterscheiden sich im konstruktiven Aufbau und werden ergänzt durch anwendungsgerechte Werkstoffausführungen. Gemeinsam ist allen Bauarten eine hohe Betriebssicherheit, die daraus resultiert, dass im Verdichtungsraum keine mechanische Berührungen des rotierenden Flügelrades mit dem Gehäuse stattfindet.

Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen gibt es in einstufiger und zweistufiger Ausführung (Abb. 4).

Ob einstufige Vakuumpumpen für Ansaugdrücke bis 120 mbar (hPa) oder sogar bis 33 mbar (hPa) einsetzbar sind, hängt von der konstruktiven Ausführung der Flügelräder und der Steuerscheiben ab. Einstufige Pumpen, bei denen in den Steuerscheiben neben der Drucköffnung zusätzliche selbsttätige Ventile angeordnet sind, können genauso wie zweistufige Pumpen bis 33 mbar (hPa) Ansaugdruck eingesetzt werden.

Der Vorteil zweistufiger Vakuumpumpen ist die geringere Störanfälligkeit und ein höheres Saugvermögen bei kleinen Ansaugdrücken, insbesondere bei der Förderung gesättigter Gasgemische und bei höheren Betriebsflüssigkeitstemperaturen.

Für kleine und mittlere Saugvermögen werden einstufige Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen auch als kompakte Maschinen in Blockbauweise gebaut (Abb. 5). Dabei wird das Flügelrad direkt auf die Motorwelle montiert. Die Lagerung des Motorläufers übernimmt zusätzlich die Lagerung des Pumpenlaufrades.

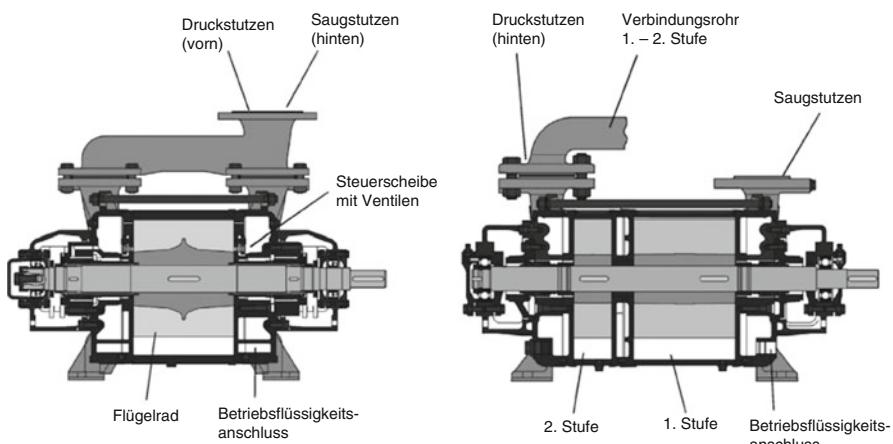
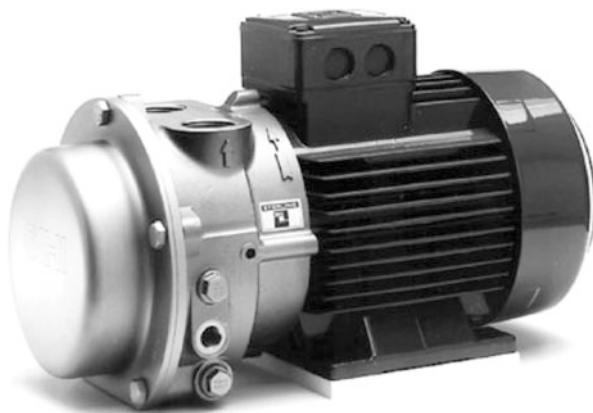


Abb. 4 Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen in ein- und zweistufiger Bauart

Abb. 5 Motorblock-Vakuumpumpe in modernem Blechdesign (Sterling SIH: LEM 26). Ansaug- und Druckstutzen sind oben und der Betriebsflüssigkeitsanschluss seitlich angeordnet



Der kleinste erreichbare Ansaugdruck einer Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe ist vom Dampfdruck der Betriebsflüssigkeit abhängig. Sollen niedrigere Ansaugdrücke erreicht werden, kann die Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe mit einem Gasstrahler (► Kap. 18, „Treibmittelpumpen“) kombiniert werden (Abb. 6), der das Fördergas auf den Ansaugdruck der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe vorverdichtet.

Gasstrahl-Vakuumpumpen (► Kap. 18, „Treibmittelpumpen“) arbeiten nach dem Ejektorprinzip. Ein Treibgasstrom wird in der Treibdüse entspannt und beschleunigt, wodurch das zu fördernde Gas angesaugt wird. Im Diffusor wird dann die Geschwindigkeitsenergie des Gemischstromes in Druckenergie umgewandelt.

In Abb. 7 ist das Saugvermögen einer Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe mit und ohne Gasstrahler dargestellt.

Man erkennt, dass mit der Kombination von Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe und Gasstrahler kleinere Ansaugdrücke erreicht werden. Bei hohen Ansaugdrücken ist der Volumenstrom jedoch geringer gegenüber dem der einzelnen Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe. Deshalb wird bei Evakuierungsprozessen zunächst der Gasstrahler über einen Bypass umgangen und erst bei einem kleineren Druck zugeschaltet.

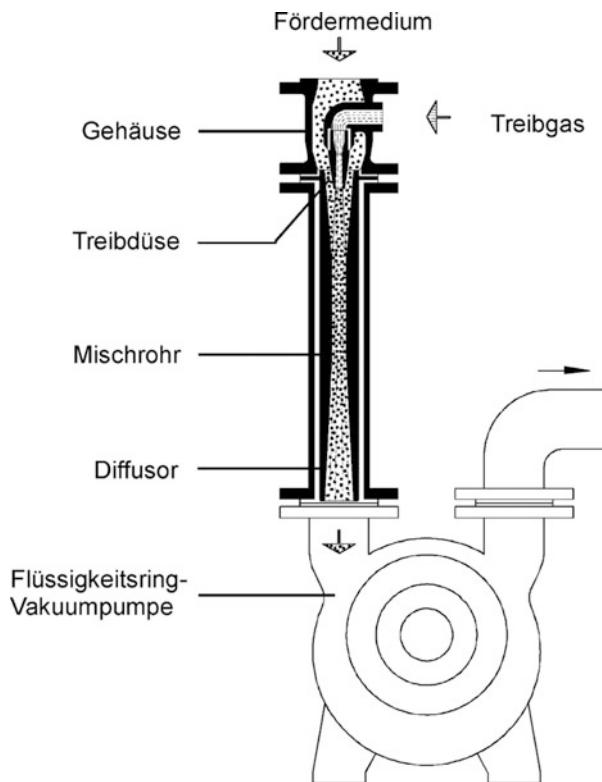
Gasstrahler stellen für Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen einen idealen Kavitationsschutz dar, weil das Treibgas aus einem bei den Betriebstemperaturen nicht kondensierenden Gas besteht. Selbst wenn die Ansaugmenge des Strahlers gegen Null geht oder der Strahler mit geschlossener Saugseite betrieben wird, arbeitet die Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe außerhalb des gefährlichen Kavitationsbereiches.

1.4 Pumpstände mit Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen

Abb. 8 zeigt das Schaltschema eines Vakuumsystems, bei dem die Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe im Umlaufflüssigkeitsbetrieb gefahren wird. Typische Saugdrücke liegen zwischen 50 mbar (hPa) und 500 mbar (hPa).

Wenn dampfgesättigte Gase gefördert werden sollen, bietet es sich an, einen Vorkondensator zu verwenden. Dadurch wird ein größeres Saugvermögen erreicht

Abb. 6 Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe mit Gasstrahler



oder es kann eine kleinere Vakuumpumpenbaugröße eingesetzt werden. Das entstehende Kondensat kann mit dem Gasstrom über die Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe abgeführt werden (Abb. 9).

Für Enddrücke zwischen 5 mbar (hPa) und 50 mbar (hPa) ist die Kombination der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe mit einem Gasstrahler eine kostengünstige und robuste Lösung (Abb. 10). Der Gasstrahler verdichtet das Fördergas auf den Ansaugdruck der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe. Der Treibstrom wird vorzugsweise aus dem Flüssigkeitsabscheider bzw. der Druckleitung entnommen.

Für noch kleinere Saugdrücke und ein größeres Saugvermögen werden Kombinationen von Wälzkolbenpumpen (► Kap. 15, „Zweiwellige Rotationsverdrängerpumpen“) mit der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe eingesetzt.

Im einfachsten Fall wird zusätzlich zu dem Aufbau entsprechend Abb. 10 eine Wälzkolbenpumpe saugseitig vor dem Gasstrahler installiert.

Wälzkolbenpumpen können aber auch mehrstufig hintereinander direkt vor die Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe geschaltet werden. Dies empfiehlt sich bei Anwendungen, bei denen kein Gasstrahler eingesetzt werden soll. Die Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe kann dann in einer kleineren Baugröße ausgeführt werden, da sie das Treibgas des Strahlers nicht zusätzlich mitfordern muss.

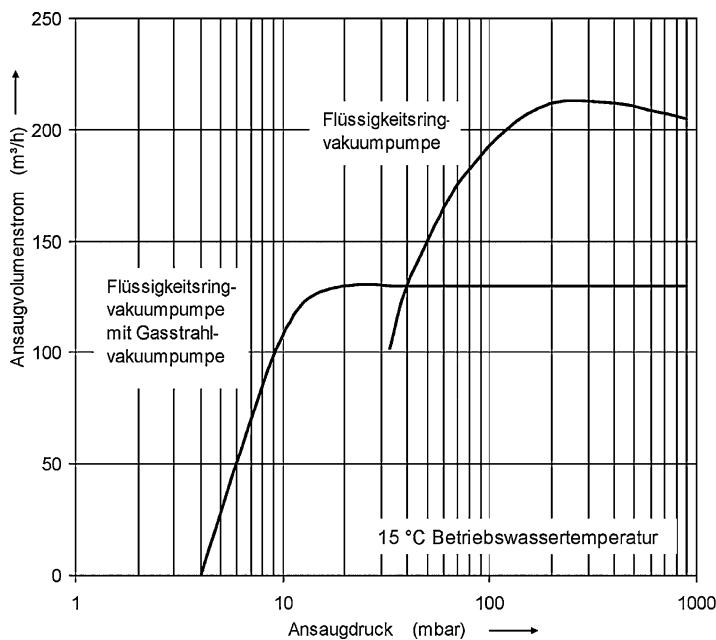


Abb. 7 Saugvermögen (Ansaugvolumenstrom) einer Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe mit und ohne Gasstrahler

Vakuumsysteme mit Wälzkolbenpumpen können Enddrücke bis weit unter 1 mbar (hPa) erreichen.

1.5 Hinweise für den wirtschaftlichen Betrieb

Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen sind sehr robuste Maschinen. Gegen Verschmutzungen im Fördergas sind sie nahezu unempfindlich. Bei richtiger Installation und Betriebsweise bedarf die Pumpe auch während längerer Laufzeiten kaum einer Wartung.

Für die Schaltung der Betriebsflüssigkeit gibt es verschiedene Betriebsarten:

- Im Schaltschema der Abb. 10 ist der Umlaufflüssigkeitsbetrieb dargestellt, der insbesondere in der Chemie und Pharmazie verwendet wird, wo häufig andere Betriebsflüssigkeiten als Wasser eingesetzt werden, wie z. B. Öl, Laugen und Säuren. Zwingend erforderlich ist der geschlossene Betriebsflüssigkeitskreislauf bei korrosiv wirkenden, abwasserschädigenden oder gesundheitsschädlichen Fördermedien. Er wird aber auch für die Rückgewinnung des Kondensates angewendet. Der Flüssigkeitsstrom, der aus dem Abscheider der Vakuumpumpe wieder zugeführt wird, muss dabei mit einem Wärmetauscher rückgekühlt werden.
- Die Betriebsart mit dem einfachsten Aufbau ist der Frischflüssigkeitsbetrieb. Dabei erfolgt keine Rückführung der Betriebsflüssigkeit vom Abscheider zur

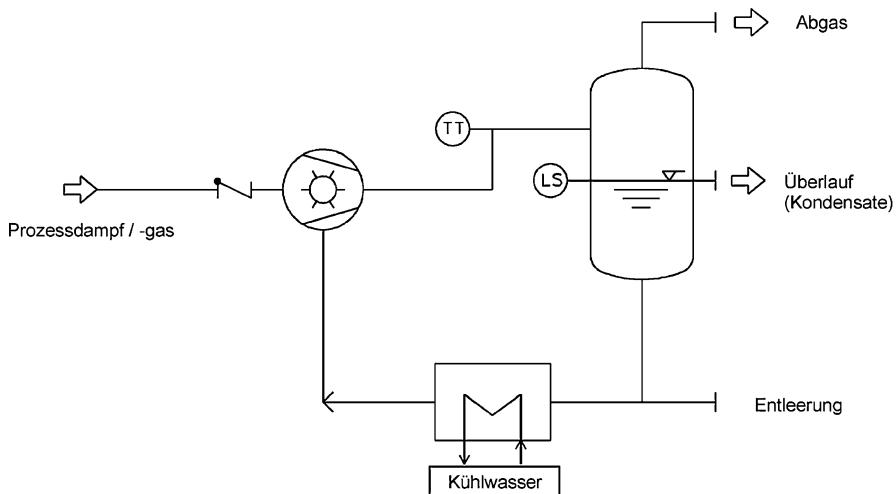
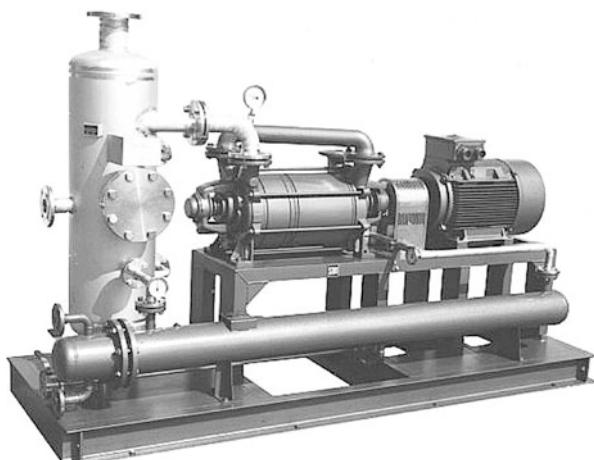


Abb. 8 Vakumsystem mit geschlossenem Betriebsflüssigkeitskreislauf, ausgestattet mit Überwachungsmesstechnik für die maximal zulässige Verdichtungstemperatur (TT) und das Flüssigkeitsniveau (LS) im Abscheider

Abb. 9 Vakuumaggregat, bestehend aus einer Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe (Sterling SIHI: LPH 65327) mit Flüssigkeitsabscheider und Wärmetauscher. Der Wärmetauscher ist am tiefsten Punkt der Anlage angebracht, damit sich im Betriebsflüssigkeitskreislauf keine Gaspolster bilden können



Vakuumpumpe, sondern sie wird druckseitig abgeleitet. Der Frischflüssigkeitsbetrieb wird nur für solche Fälle angewendet, bei denen genügend Betriebsflüssigkeit (Wasser) zur Verfügung steht. In der Praxis ist das meist nur bei kleinen Baugrößen der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen der Fall.

- Der kombinierte Flüssigkeitsbetrieb ist die am häufigsten angewendete Betriebsart. Dabei wird ein Teil der Flüssigkeit aus dem Abscheider der Vakuumpumpe als Betriebsflüssigkeit wieder zugeführt, wobei diesem Strom sogenannte Frischflüssigkeit

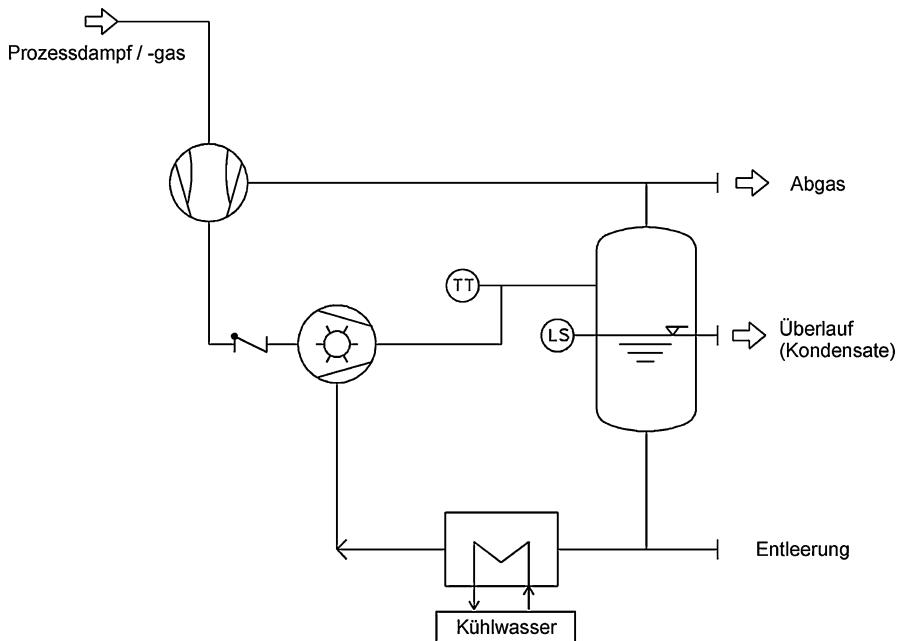


Abb. 10 Vakuumsystem, bestehend aus Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe und Gasstrahler: Das Betriebsflüssigkeitsniveau (LS) und die Verdichtungstemperatur (TT) werden überwacht

aus einem Flüssigkeitsnetz, z. B. einer Wasserleitung, zugemischt wird. Die Eintrittstemperatur der Betriebsflüssigkeit in die Pumpe ist die Mischtemperatur der beiden Teilströme. Sie kann durch Vergrößerung oder Reduzierung des Frischflüssigkeitsstromes verändert werden.

Die realen Betriebsbedingungen für eine Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe weichen häufig von den Auslegungsdaten ab. Besonders bei einer Überdimensionierung der Vakuumpumpe sollte durch eine Regelung das Saugvermögen angepasst, d. h. reduziert, werden. Dazu werden folgende Möglichkeiten empfohlen:

- Anpassung der Betriebsflüssigkeitstemperatur
Die Betriebsflüssigkeitstemperatur ist die einfachste und wirkungsvollste Regelgröße für den Fördervolumenstrom der Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe. Im Umlauf- und kombinierten Flüssigkeitsbetrieb kann durch die Erhöhung/Verängerung der Eintrittstemperatur der Betriebsflüssigkeit in die Pumpe das Saugvermögen verringert/vergrößert werden. Bei der Verwendung von Wasser als Betriebsflüssigkeit sollten jedoch Temperaturen unter 10 °C wegen Vereisungsgefahr in der Pumpe vermieden werden.
- Drehzahlregelung
Die Anpassung der Drehzahl kann mit einem Getriebe oder mit einem Frequenzumrichter erfolgen. Die Verwendung eines Frequenzumrichters hat den Vorteil, dass bei

der Veränderung von Betriebsparametern sofort wieder ein optimaler Betriebspunkt der Vakuumpumpe eingestellt werden kann. Zu berücksichtigen ist aber, dass die Regelung der Drehzahl bei Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen nicht über den gesamten Drehzahlbereich, sondern nur ca. 30 % abweichend von der Nenndrehzahl möglich ist. Bei zu kleinen Umfangsgeschwindigkeiten wird kein stabiler Flüssigkeitsring ausgebildet und die Pumpe läuft unruhig. Zu hohe Drehzahlen führen zur Überlastung der Bauteile; Flügelradbrüche können die Folge sein.

- **Bypass-Regelung**

Ein Teil des verdichteten Gases oder atmosphärische Luft wird in die Saugleitung zurückgeführt. Dadurch werden unzulässig kleine Ansaugdrücke verhindert.

Die Regelung des Saugvermögens durch saugseitige Drosselung ist wegen Kavitationsgefahr unbedingt zu vermeiden. Auch die Drosselung auf der Druckseite verbietet sich, da die Gefahr der Bauteilüberbeanspruchung und einer Zerstörung des Pumpenlaufrades besteht.

Für den kavitationsfreien Betrieb müssen Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen immer eine Mindestmenge nicht kondensierendes Gas fördern. Das ist besonders bei hohen Dampfanteilen im Ansaugstrom zu beachten. Viele Pumpen haben einen speziellen Kavitationsschutzzanschluss, mit dem Inertgas direkt bis in die Radzellen zugeführt wird. Dadurch wird Kavitation in der Pumpe vermieden und gleichzeitig die Einhaltung des kleinsten zulässigen Ansaugdruckes gewährleistet.

Beim Anfahren der Pumpe soll der Stand der Betriebsflüssigkeit etwa Wellenhöhe betragen. So wird sofort der volle Förderstrom erreicht und der Antriebsmotor nicht überlastet.

Bei der Förderung explosiver Gemische wirken Flüssigkeitsringmaschinen nicht als Zündquelle.

2 Drehschieberpumpe

Die Drehschieberpumpe sind die am häufigsten eingesetzten Vakuumpumpen. Sie wurde zwischen 1904 und 1910 entwickelt. Die Idee zu diesem Funktionsprinzip wurde bereits 1660 von einem Adligen namens *Prinz Rupprecht* gegeben [2]. Insbesondere die im Jahr 1909 von *Gaede* erfundene Kapselpumpe gilt als Ursprung der Drehschieberpumpe [3]. Zu wirtschaftlicher Bedeutung kamen die ölgeschmierten Drehschieberpumpen mit dem Einsatz in der Lebensmittelvakuumverpackung. Das große Wachstum fand in den 1970er- und 1980er-Jahren statt. Parallel dazu wuchs der Markt der Druckindustrie und der allgemeinen Verpackungsindustrie, die viele trockenlaufende Drehschieberpumpen einsetzen.

2.1 Wirkungsweise und Aufbau

Die Wirkungsweise der Drehschieberpumpe ist in der Norm DIN 28400 von 1980 folgendermaßen beschrieben: „Eine Drehschieberpumpe ist eine Rotationsverdrän-

gerpumpe, in der ein exzentrisch gelagerter Rotor tangential an der Innenwand des Stators (Gehäuse) vorbeigleitet. Zwei oder mehr in Rotorschlitzen beweglich (meist radial) angebrachte Schieber gleiten an der Innenwand des Stators und teilen die Pumpenkammer in Räume mit sich veränderndem Volumen ein.“

Den grundsätzlichen Aufbau und die Wirkungsweise einer Drehschieberpumpe zeigt die Abb. 11.

Sie besteht aus einem im Innern zylindrischen Gehäuse, in dem sich ein exzentrisch gelagerter Rotor dreht. In den Schlitten des Rotors gleiten Schieber, die durch die Zentrifugalkraft an die Gehäusewand gedrückt werden und an ihr entlang gleiten. Dadurch wird der Raum zwischen Rotor und Gehäuse in Kammern geteilt. Das abzusaugende Gas tritt durch den Ansaugstutzen in den sich bei der Rotation vergrößernden sichelförmigen Schöpfraum ein. In Abb. 11a erreicht ein sich neu öffnender sichelförmiger Schöpfraum die Einlassöffnung. Idealerweise beginnt das Schöpfvolumen bei Null. Durch die Vergrößerung des Schöpfraumes beim Drehen des Rotors kommt die Saugwirkung zustande. Nach Erreichen des maximalen Schöpfvolumens verkleinert sich der Schöpfraum beim Weiterdrehen wieder. Abb. 11d zeigt die Position der Schieber bei maximalem Schöpfvolumen. Dies ist der Punkt, bei dem das Schöpfvolumen zum Ansaugstutzen hin geschlossen wird, d. h., der Schieber muss über den Einlasskanal hinweggelaufen sein.

Beim Weiterdrehen wird das angesaugte Gas verdichtet, bis die Verdichtungskammer zum Auslasskanal hin öffnet (Abb. 11e). Die innere Verdichtung wird von der geometrischen Lage des Auslasses bestimmt. Das verdichtete Gas wird durch

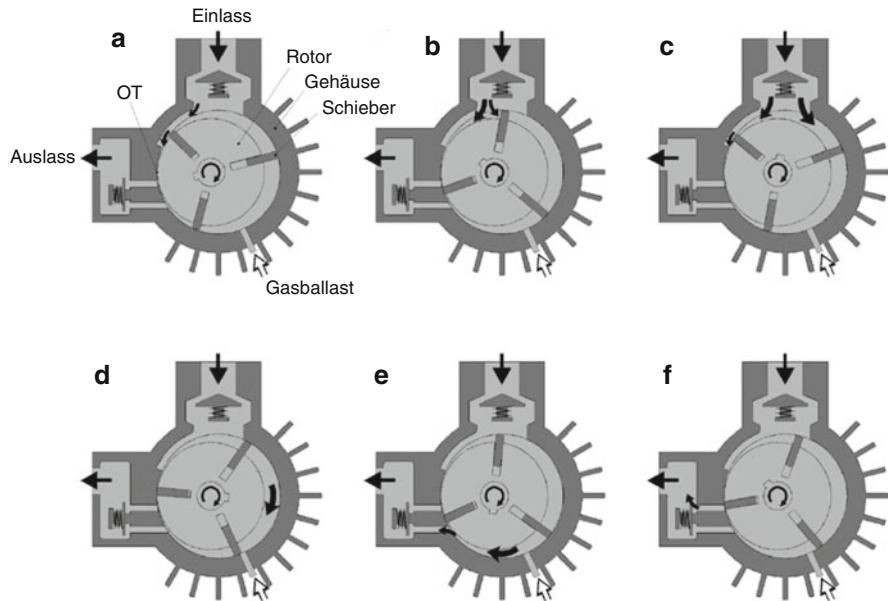


Abb. 11 Aufbau und Wirkungsweise einer Drehschieberpumpe



**Wir bieten alles außer heißer Luft:
Effiziente Vakuumerzeugung**



FIPA

challenge accepted

den Auslass ausgeschoben, bis in Abb. 11f das Schöpfvolumen idealerweise Null erreicht. Dreht der Rotor weiter, überstreicht die betrachtete Arbeitskammer wieder die Einlassöffnung – ein neuer Verdichtungszyklus beginnt.

Da das Schöpfvolumen idealisiert bei Null beginnt, existiert kein Schadvolumen. Jedoch sind in der Praxis aus Gründen der Fertigungstoleranzen sowie durch die Berücksichtigung der thermischen Ausdehnungen Spalte vorhanden. Das sind zum einen die Spalte zwischen dem Rotor und dem Gehäuse in radialer Richtung im Bereich des oberen Totpunktes OT und in axialer Richtung auf beiden Seiten des Rotors, zum anderen im Bereich der Schieber in den Schlitten und auch hier in axialer Richtung zu den Gehäusedeckeln.

2.2 Trockenlaufende Drehschieberpumpe

Trockenlaufende Drehschieberpumpe erreichen einen Enddruck von 80 hPa–200 hPa. Sie haben in der Regel eine relativ große Anzahl an Schiebern. Ein Beispiel eines ausgeführten Trockenläufers zeigt Abb. 12. Die Schieber müssen hier neben der Funktion der Abdichtung zwischen den Kammern zusätzlich die nicht einfache Funktion der Schmierung der Lauffläche übernehmen. So kommen als Schiebermaterialien in der Regel Verbundwerkstoffe mit der Hauptkomponente Graphit zum Einsatz. Die exakten Materialzusammensetzungen sowie die Herstellverfahren sind gut gehütete Geheimnisse, denn die Wahl des richtigen Schiebermaterials sowie die richtige Lauffläche (Gehäuse) sind von entscheidender Bedeutung.

Heute eingesetzte Materialien erlauben eine Standzeit bis zum Schieberwechsel je nach Einsatzfall von ca. 2000 bis über 10.000 Betriebsstunden. Damit die Belastung

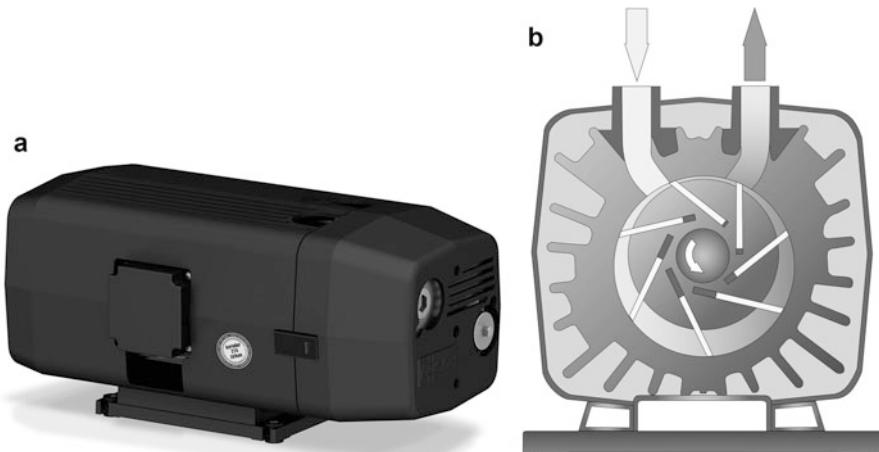


Abb. 12 Trockenlaufende Drehschieberpumpe: **a** Außenansicht, **b** Querschnitt

auf den einzelnen Schieber reduziert wird, kommen meist sieben Schieber zum Einsatz. Trockenlaufende Drehschieberpumpen werden auch Vielzellen- oder Lamellenpumpen genannt (man bezeichnet die Schieber auch als Lamellen).

Damit die Pumpe nicht durch Verunreinigungen zerstört werden kann, setzt man häufig auf der Saugseite einen Filter vor. Da die Schieber eines Trockenläufers einer Abnutzung unterliegen, setzt man auch hinter der Pumpe einen Filter ein. Dieser dient lediglich dazu, die Umwelt vor dem Schieberabrieb zu schützen und ist bereits in die Pumpe integriert. Trockenlaufende Drehschieberpumpen werden für Volumenströme von $1,5 \text{ m}^3/\text{h}$ - $500 \text{ m}^3/\text{h}$ angeboten.

2.3 Ölgeschmierte Drehschieberpumpen

Um einen niedrigeren Enddruck zu erreichen, müssen die Spalte besser abgedichtet werden, wozu man einen Ölfilm verwendet. Durch Bohrungen und Kanäle wird erreicht, dass zwischen den Gehäusedeckeln und den Stirnflächen des Rotors und Schiebers überall Öl vorhanden ist und dass die Schieber zwischen Absaug- und Verdichtungsraum einen kleinen Ölsee vor sich herschieben. Dadurch wird eine gute Abdichtung zwischen dem Verdichtungs- und dem Saugraum erreicht. Bei einer ölgeschmierten Drehschieberpumpe befindet sich im Auslasskanal des Verdichtungsraumes in der Regel ein federbelastetes Ventil. Dieses öffnet erst, wenn der innere Verdichtungsdruck so über dem vor dem Ventil anliegenden Umgebungsdruck liegt, dass er die Federkraft des Ventils überwindet. Bei sehr kleinen Gasdurchsätzen, also bei geringen Ansaugdrücken, füllt das Öl, das vor den Schiebern hergeschoben wird, kurz vor dem Ausstoßen den Auspuffkanal praktisch völlig aus. Das führt dazu, dass in sehr kurzer Zeit der Druck in der Kammer stark ansteigt. In diesem Moment versuchen die Schieber inkompresibles Öl zu verdichten, bis das Öl über die Auslassventile abströmen kann. Dieser hohe Druck erzeugt den sogenannten Ölschlag, der noch in den 1970er-Jahren als Zeichen für das Erreichen des Enddruckes und somit als Qualitätszeichen angesehen wurde. Heute wird dieser Ölschlag als störend empfunden, so wird den Pumpen künstlich eine kleine Menge Gas zugeführt. Solange noch Gas gefördert wird, öffnet das Ventil durch das Gaspolster weich, der Ölschlag ist demnach unterdrückt. Allerdings wird der erreichbare Enddruck durch diese Maßnahme negativ beeinflusst. Für verschiedene Anwendungen werden heute Enddrücke bei einstufigen Drehschieberpumpen von 0,05 hPa-20 hPa zur Verfügung gestellt.

Die Betriebsflüssigkeit, im einfachen Anwendungsfällen ein hochwertiges Mineralöl, allerdings heute bereits häufig durch speziell entwickelte synthetische Öle ersetzt, hat also die Aufgabe, die Pumpe abzudichten und zu schmieren. Da eine relativ große Menge Betriebsflüssigkeit in den Verdichtungsraum eingespritzt wird, nimmt sie auch einen großen Anteil der Verdichtungswärme auf. So lässt sich die Temperatur in der Pumpe auf 70°C - 90°C einstellen. Dieser Temperaturbereich hat sich in der Praxis als guter Kompromiss zwischen langer Lebensdauer des Öles und dem Vermeiden von Kondensation in der Pumpe herausgestellt. Neben der erhöhten

Temperatur in der Pumpe wird die in feuchten Prozessen anfallende Kondensation mit Hilfe eines Gasballastes (siehe ► Abschn. 3.2 im Kap. 12, „Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen und Grundlagen der Verdrängervakuumpumpen“) unterbunden. Der Gasballast öffnet in die Verdichtungskammer, wenn diese gerade nicht mehr mit dem Saugstutzen in Verbindung ist; dies ist in Abb. 11d dargestellt. Als Gasballast strömt meist Umgebungsluft in die abgeschlossene Verdichtungskammer. Das sich dann einstellende Gemisch aus feuchtem Prozessgas und Luft kann dann nicht mehr in der Pumpe kondensieren. Bei trockenen Prozessen erreicht das Betriebsmittel allerdings höhere Standzeiten, wenn die Pumpe deutlich kühler gehalten wird.

Als weitere Aufgaben der Betriebsflüssigkeit sind der Korrosionsschutz und die Reinigung zu erwähnen. Insbesondere bei schmutziger Anwendung reinigt das Öl alle sich bewegenden Teile, dabei sind die Schieber in den Schlitten und die Ventile als kritische Bauteile zu erwähnen. Die Ventile erhöhen den Wirkungsgrad der Drehschieberpumpe und sind für das Erreichen guter Enddrücke notwendig. Durch die reinigende Wirkung des Öles fallen Ventile bei den ölgeschmierten Pumpen praktisch nie aus. Die Betriebsflüssigkeit kommt also im Verdichtungsraum mit dem Fördermedium in Berührung. In sehr vielen Fällen wird nicht allein saubere trockene Luft durch die Pumpe gefördert. So können z. B. Fette oder Stäube in die Pumpe geraten, die dann im Betriebsmittel aufgenommen werden. Ein ausreichend dimensioniertes Ölreservoir und ein Ölfilter sorgen dann dafür, dass das Betriebsmittel trotzdem über lange Zeit im Betrieb bleiben kann, ohne dass die Pumpe zu Schaden kommt. In einem speziell ausgebildeten Ölnebelabscheider wird das Öl vom Fördergas getrennt. Hierbei liegt die Kunst darin, dass feinste Ölnebeltröpfchen mit anderen agglomerieren, so dass diese als großer Öltropfen wieder in den Ölkreislauf zurückgeführt werden können (siehe ► Abschn. 3.3 im Kap. 16, „Betrieb von Verändererpumpen“).

Der Aufbau einer ölgeschmierten Drehschieberpumpe ist in Abb. 13 dargestellt. Die verschiedenen Aufgaben sind räumlich voneinander getrennt. Das Gas tritt in das Pumpengehäuse über ein Rückschlagventil ein. Das Rückschlagventil trennt den Rezipienten von der Pumpe wenn diese stillsteht. Ein Rückströmen von Gas oder Betriebsflüssigkeit wird dadurch verhindert. Nach der Förderung und Verdichtung des Gases verlässt es das Pumpengehäuse durch die Auslassventile und tritt in das Ölabscheidergehäuse ein. Dieses dient als Ölreservoir und realisiert die Abscheidung des Betriebsmittels aus dem Gas. In einem ersten Raum werden die großen Öltropfen aus dem Förderstrom durch Reduzieren der Fördergeschwindigkeit abgeschieden. Dann folgt die Zusammenführung feinster Tröpfchen zu großen Tropfen in den speziell dafür entwickelten und unter ständiger Verbesserung befindlichen Ölnebelabscheidern. Das Betriebsmittel wird in einem Ölfilter gereinigt und der Pumpe wieder zur Verfügung gestellt. Je nach Pumpenleistung reicht entweder die zur Verfügung stehende Oberfläche, ein einfacher Lüfter, ein Öl-Luft-Wärmetauscher oder ein Öl-Wasser-Wärmetauscher zur Rückkühlung des Betriebsmittels.

Ölgeschmierte Drehschieberpumpen sind in den Größen von $2 \text{ m}^3/\text{h}$ – $1800 \text{ m}^3/\text{h}$ ausgeführt. Sie ist im Grob- und am Anfang des Feinvakuums eine bevorzugte Pumpe, weil sie robust, langlebig und betriebssicher arbeitet und preiswert ist.

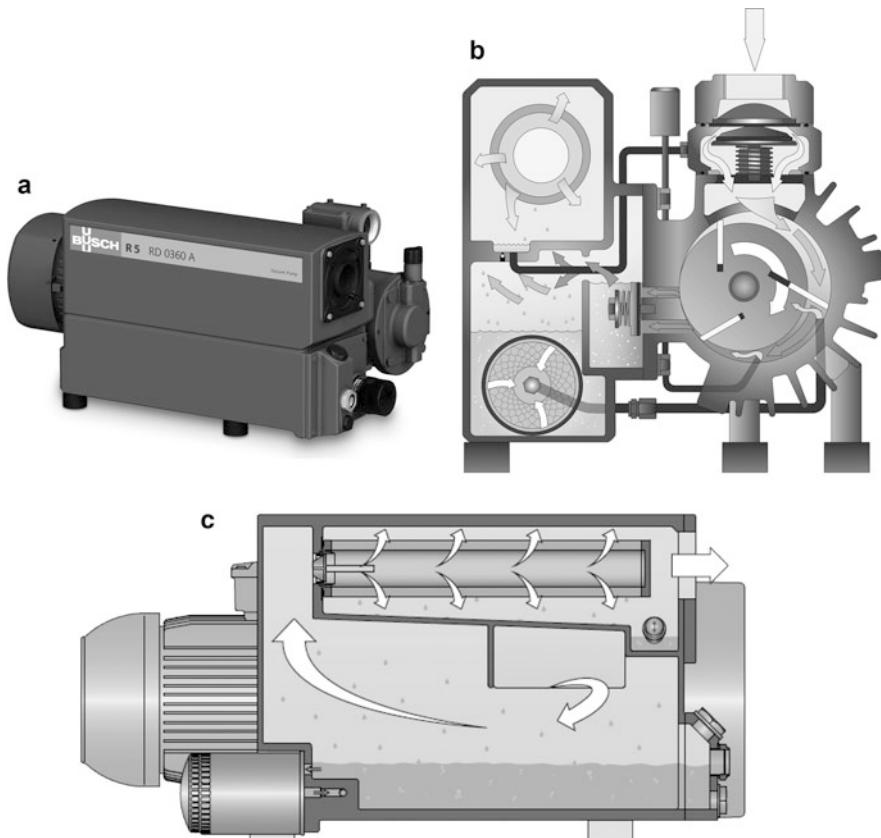


Abb. 13 Ölgeschmierte Drehschieberpumpe: **a** Außenansicht, **b** Querschnitt, **c** Längsschnitt

2.4 Frischölgeschmierte Drehschieberpumpe

Bei Anwendungen, in denen das Betriebsmittel durch den Prozess angegriffen bzw. zerstört wird, kann ein sonst üblicher geschlossener Ölkreislauf nicht realisiert werden. In diesem Fall betreibt man die Pumpen mit der sogenannten Frischölschmierung. Dabei wird das Schmieröl nicht, wie bei der Umlaufschmierung, in die Pumpe zurückgeführt, sondern nur einmal verwendet und dann abgelassen. Die Pumpe wird also ständig mit frischem Öl geschmiert. Abb. 14 veranschaulicht das Prinzip.

In dieser Anordnung dient das Öl sowohl zur Schmierung der Schöpfräume als auch zur Schaffung eines Schutzfilmes zwischen den Funktionsteiloberflächen zur Verhinderung von Korrosion und schließlich zum Ausspülen von kondensiertem Dampf aus der Pumpe. Diese Pumpe besitzt bei Förderung aggressiver/ätzender Dämpfe eine hohe Betriebssicherheit. Das permanente Gefälle vom Einlass zum

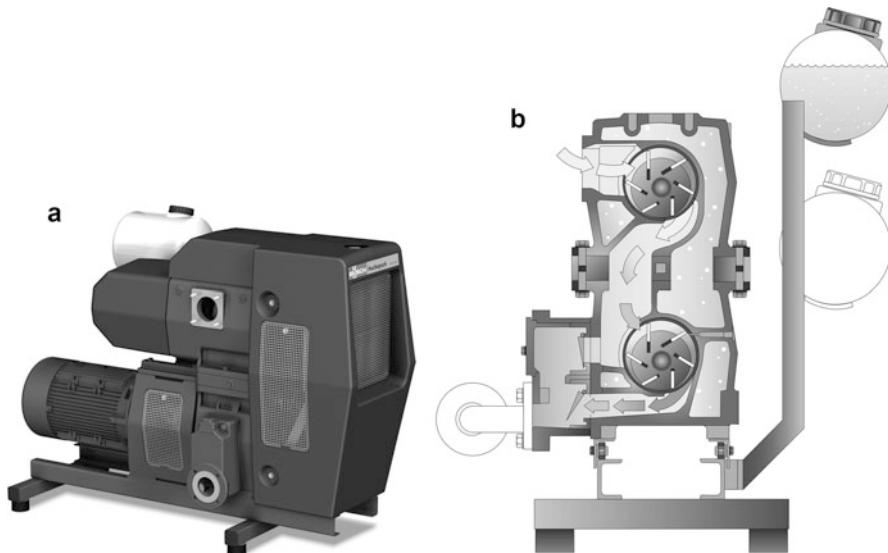


Abb. 14 Frischölgeschmierte Drehschieberpumpe in zweistufiger Ausführung nach dem Hückepack-Prinzip: **a** Außenansicht, **b** Querschnitt

Auslass und die durchgehende Ausspülung von Kondensaten verhindert eine Beschädigung der Drehschieber durch Flüssigkeitsansammlungen sowie eine Verschlechterung des Vakuums aufgrund einer Verschmutzung des Schmieröls mit kondensierten Dämpfen. Wegen des nur kurzzeitigen Aufenthaltes des Öles in der Pumpe können billige Öle verwendet werden. Das Öl wird mit einer Ölpumpe zugeführt. Für die zur Verfügung stehenden Pumpengrößen mit einem Nennsaugvermögen von $160 \text{ m}^3/\text{h}$ - $780 \text{ m}^3/\text{h}$ beträgt der Ölverbrauch ca. $84 \text{ cm}^3/\text{h}$ - $188 \text{ cm}^3/\text{h}$.

2.5 Betriebsverhalten und Hinweise

Das Betriebsverhalten der drei genannten Drehschieberpumpentypen – trockenlaufende, ölgeschmierte und frischölgeschmierte – ist derart unterschiedlich, dass dieses nachfolgend getrennt beschrieben wird.

2.5.1 Trockenlaufende Drehschieberpumpe

Eine trockenlaufende Pumpe muss regelmäßig auf ihren Schieberverschleiß hin beobachtet werden, damit Schieber nicht während des Betriebs brechen und die Pumpe dadurch ausfällt. Die Filter müssen regelmäßig gereinigt werden, um einem Leistungsrückgang vorzubeugen. Zeitintervalle für diese Wartungsarbeiten hängen stark vom Einsatzfall der Pumpe ab. In staubiger Anwendung müssen die Filter häufiger gereinigt werden, als bei sauberem und trockenem Fördergas. Ebenso steigt der Schieberverschleiß durch höhere Druckdifferenzen und durch den Eintrag von

Staub. Sollten kondensierbare Dämpfe in die Pumpe gelangen, so kann ein Nachlauf mit einem Spülgas die Pumpe vor Korrosion schützen. Bei längerem Stillstand der Pumpe muss diese durch geeignete Mittel vor Stillstandskorrosion geschützt werden. Zum Einsatz kommen die trockenlaufenden Drehschieberpumpen in Anwendungen, die meist Luft aus der Umgebung absaugen und nur einen Druck von ca. 400 hPa benötigen. Die zwei größten Märkte, die in diesem Zusammenhang zu nennen sind, sind die Verpackungsindustrie und die Druckindustrie. In beiden Fällen dient die Pumpe zum Heben und Transportieren von Gütern und deren Verpackungen. Hier werden die Pumpen meist dezentral direkt neben der Anwendung aufgestellt. Da der Ausfall einer Pumpe die gesamte Anlage zum Stillstand bringt, muss die Pumpe sehr zuverlässig und ihre Wartung einfach sein. Diese Anforderungen sowie ein niedriger Preis werden durch diesen Pumpentyp bestens erfüllt. Als Nachteil kann genannt werden, dass trotz einfacher Wartung die Kontrolle der Schieberabnutzung in kurzen Zeitintervallen stattfinden müssen (Kontrolle alle 1000 bis 2000 Betriebsstunden). Neueste Schiebermaterialentwicklungen erlauben Wartungsintervalle von 7500 Betriebsstunden und mögliche Schieberlebensdauern von über 20.000 Betriebsstunden.

2.5.2 Ölgeschmierte Drehschieberpumpe

Die ölgeschmierten Drehschieberpumpen sind im Betrieb auf das Betriebsmittel, in den meisten Fällen ein hochwertiges Mineralöl, angewiesen. In sauberer Anwendung, in der das Öl nicht verschmutzt wird, arbeitet dieser Pumpentyp sehr lange, ohne dass Wartungsarbeiten notwendig werden. Eine Kontrolle des Ölstandes und der Entölelemente sollte trotzdem alle 2000 Betriebsstunden vorgenommen werden. Kommen andere Stoffe als sauberes und trockenes Gas in die Pumpe, so wird über das dann kontaminierte Öl der Ölfilter und die Ölnebelabscheider verschmutzt. In diesem Fall müssen der Ölfilter, die Ölnebelabscheider und das Öl gewechselt werden, was sehr einfach und in kurzer Zeit möglich ist. Generell unterliegt das Öl einem Alterungsprozess, der ebenfalls zu veränderten Betriebsbedingungen führt und die Schmiereigenschaften reduziert, so dass ein Ölwechsel vorgenommen werden muss. Für den Betrieb der Pumpe spielt das Öl eine weitere wichtige Rolle: Im kalten Zustand hat das Öl eine höhere Viskosität als im betriebswarmen Zustand. Das hat zur Folge, dass bei der Inbetriebnahme der Pumpe im kalten Zustand vom Antrieb ein höheres Antriebsmoment abverlangt wird. Das kann abhängig von der Temperatur dazu führen, dass der verwendete Antrieb das benötigte Moment nicht zur Verfügung stellen kann und die Pumpe nicht anläuft. Abhilfe erreicht man durch die Verwendung eines dünneren Öles. Die generelle Verwendung von weniger viskosen Ölen ist aufgrund der flüchtigen Bestandteile, der Lebensdauer und der Ölnebelabscheidung nicht ratsam. So bieten Hersteller verschiedene Ölviskositäten für unterschiedliche Umgebungstemperaturen an.

Werden kondensierbare Dämpfe, insbesondere Wasserdampf, angesaugt, so verbindet sich das Öl und das Kondensat zu einer Emulsion, die sofort zu einer Reduktion des erreichbaren Enddruckes, damit auch zu einem geringeren Saugvermögen und im Lauf der Zeit auch zu einer Verschlechterung der Betriebsmittel-eigenschaften, insbesondere Schmierung und Korrosionsschutz, führen. Das zu

verhindern, hat bereits Gaede durch die Erfindung des Gasballastes möglich gemacht. So werden viele ölgeschmierte Drehschieberpumpen mit Gasballast ausgeführt. Der Gasballast führt zu einer Verschlechterung des erreichbaren Enddruckes. Treten kondensierbare Dämpfe auf, so wird maximal der Dampfdruck der Flüssigkeit erreicht. Im Anwendungsfall kann beim Rezipienten kein niedrigerer Druck erreicht werden, so dass die Pumpe mit Gasballast immer die bessere Pumpe ist, als die Pumpe ohne Gasballast. Die Gasballastmenge wird nach Erfahrungswerten für den jeweiligen Anwendungsfall eingestellt. Die Funktion des Gasballastes wurde in ► Abschn. 3.2 im Kap. 12, „Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen und Grundlagen der Verdrängervakuumpumpen“ beschrieben.

Im Gegensatz zu den trockenlaufenden Drehschieberpumpen unterliegen die Schieber bei Ölschmierung praktisch keinem Verschleiß, ebenso wird die Lauffläche im Gehäuse praktisch nicht verändert, was zu einer sehr langen Lebensdauer der Pumpen führt. Als Schiebermaterialien kommen Epoxydharz gebundene Glasfaserschieber, diese zusätzlich ummantelt mit Kohlefasern, und Aluminiumschieber zum Einsatz. Betrieben werden die ölgeschmierten Drehschieberpumpen in Anwendungen mit Drücken von ca. 1 hPa–800 hPa. Das ist ein sehr großer Bereich, der noch unterteilt werden kann in den Bereich < 200 hPa, in den trockenlaufende Pumpen nicht vorstoßen können und in den Bereich > 200 hPa bei Anwendungen, in denen Feuchtigkeit und Schmutzanfall den Einsatz anderer Pumpen unmöglich machen. Der größte Markt für diesen Pumpentyp ist die Vakuumverpackung von Lebensmitteln.

Kleine ölgeschmierte Drehschieberpumpen werden in ein- und zweistufiger Ausführung gebaut. Durch das Hintereinanderschalten bei den zweistufigen Pumpen wird ein besserer Enddruck und dann im Zusammenhang damit auch bei niedrigen Drücken noch gutes Saugvermögen erreicht. Bei den zweistufigen Pumpen sind die Pumpstufen so geschaltet, dass der Auspuffstutzen der ersten Stufe mit dem Ansaugstutzen der zweiten Stufe ohne zwischengeschaltetes Ventil verbunden ist. Die zweite Stufe wirkt damit sozusagen als Vorpumpe für die erste Stufe. Die zweistufige Drehschieberpumpe kann demnach als Pumpstand betrachtet werden (siehe auch ► Abschn. 3.6 und ► 3.7 im Kap. 15, „Zweiwellige Rotationsverdrängerpumpen“).

2.5.3 Frischölgeschmierte Drehschieberpumpe

Der Betrieb von frischölgeschmierten Drehschieberpumpen nutzt das Betriebsmittel, meist ein Mineralöl, zum Schutz der Pumpe vor den aggressiven Fördermedien oder großen Kondensatmengen. In der Anwendung ist also immer der Schutz der Pumpe zu berücksichtigen. So ist nach der Anwendung sicherzustellen, dass keine korrosiven Stoffe in der Pumpe zurückbleiben. Ein Spülen oder ein Nachlauf ist meist vorzusehen. Der größte Markt für diesen Pumpentypen liegt in der chemischen und pharmazeutischen Industrie. Meist werden zweistufige Ausführungen eingesetzt, die ein gutes Saugvermögen bei Arbeitsdruck erreichen und eine Aufteilung der Verdichtungswärme auf zwei Stufen realisieren. Die verwendete Ölmenge dient lediglich der Schmierung und dem Schutz der Oberflächen, sie kann nicht die Verdichtungswärme aufnehmen wie bei den Pumpen mit Ölumlaufschmierung. Man erreicht vergleichbare Temperaturen wie bei den Trockenläufern. Weil zu hohe Temperaturen

für das Öl schädlich sind, teilt man die Verdichtungswärme auf zwei Stufen auf. Viele Anwendungsfälle fordern Temperaturgrenzen im Prozess, die dadurch erreicht werden können.

2.6 Kennlinien, Kenndaten

Die Kennlinien einer trockenlaufenden und einer ölgeschmierten Drehschieberpumpe sind in Abb. 15 dargestellt. Die Kennlinie einer zweistufigen frischölgeschmierten Drehschieberpumpe ist abhängig von der inneren Abstufung, was im ► Abschn. 3.6 im Kap. 15, „Zweiwellige Rotationsverdrängerpumpen“ am Beispiel der Wälzkolbenpumpe behandelt wird. Über den absoluten Druck ist hier der relative Volumenstrom bezogen auf den Ansaugdruck aufgetragen. Normen für die Messung solcher Kennlinien sind die PNEUROP [4] und die DIN 28400. Bei der trockenlaufenden Drehschieberpumpe ist zu beachten, dass sich aufgrund des Verschleißes der Schieber die Kennlinie stark ändert. Liegt der Betriebspunkt nahe am Enddruck der Pumpe mit verschlissenen Schiebern, so liegt eine erhebliche Volumenstromdifferenz vor. Dies ist bei der Auslegung der Pumpe zu berücksichtigen.

Im Gegensatz hierzu gibt es bei den ölgeschmierten Drehschieberpumpen im Betrieb keine verschleißbedingten Änderungen. Wird das Betriebsmittel nicht mit Kondensat beaufschlagt, so bleibt die Kennlinie unverändert. Über einen großen Druckbereich hinweg hat die Pumpe praktisch das volle Saugvermögen. Erst unterhalb

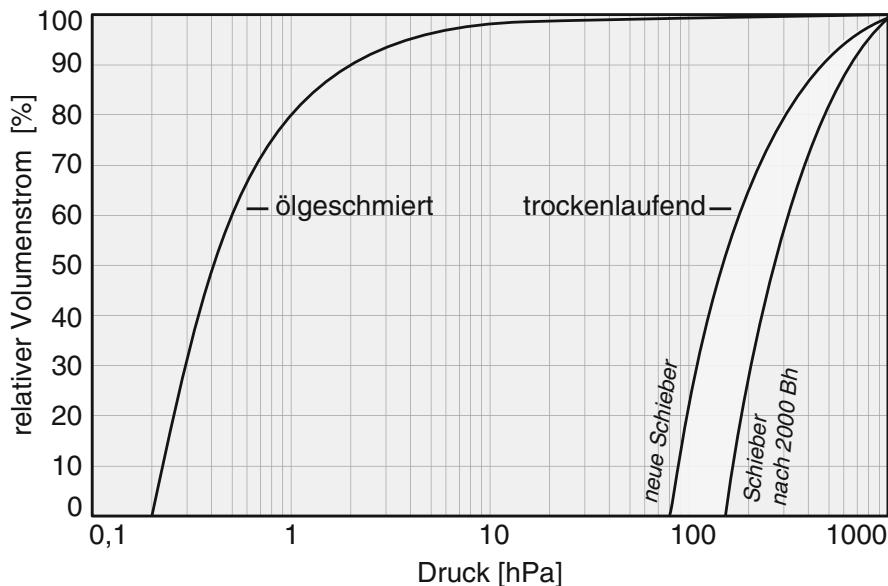


Abb. 15 Typisches Saugvermögen in Abhängigkeit vom Ansaugdruck ölgeschmierter und trockenlaufender Drehschieberpumpen letztere auch in Abhängigkeit von der Betriebsstundenzahl

von ca. 2 hPa geht der Volumenstrom zurück, was auf innere Undichtigkeit zurückzuführen ist.

Für eine im Grobvakuum arbeitende Pumpe mit innerer Leckage, bei der Enddruck und Nennsaugvermögen bekannt sind, gibt es für die Kennlinie folgenden einfachen Zusammenhang:

$$S(p) = S_1 \cdot \left(1 - \frac{p}{\frac{p_1}{p_{\text{end}}} - 1} \right) \quad (5)$$

mit S_1 Saugvermögen bei p_1 (in der Regel $p_1 = p_n$) und $p_{\text{end}} =$ Enddruck der Pumpe. Dieser einfache Zusammenhang stimmt im Grobvakuum sehr gut mit gemessenen Kennlinien überein und hat auch für andere Verdrängerpumpen Gültigkeit. Bei den ölgeschmierten Drehschieberpumpen gibt es in der Regel eine leichte Abweichung der realen Kennlinie, da die eingespritzte Ölmenge und damit die innere Dichtigkeit in Richtung Enddruck zunimmt. Die auf dem Markt befindlichen Pumpen zeigen hier zum Teil erhebliche Unterschiede. Gute Pumpen liegen sehr nahe an der theoretischen Kurve, während weniger gute Pumpen deutlich flachere Kennlinienverläufe zeigen. So gibt es Pumpen, die gleiche Nennvolumenströme und gleiche Enddrücke aufweisen, jedoch in der Anwendung unterschiedliche Ergebnisse liefern. Häufig sind für den Betreiber die für das Erreichen eines bestimmten Druckes im Rezipienten benötigten Zeiten wichtig. Für diese Auspumpzeiten ist das Integral der Volumenstrom-Druck-Kennlinie entscheidend.

3 Sperrschieberpumpen

3.1 Wirkungsweise und technischer Aufbau

Die Wirkungsweise und den Arbeitszyklus einer Sperrschieberpumpe zeigen Abb. 16 und 17.

Ein Drehkolben ist mit seinem Hals, dem sogenannten Sperrschieber, in einem Sperrschieberlager gelagert. Ein Exzenter bewegt den Drehkolben berührungsfrei längs der zylindrischen Gehäusewand, wobei der Sperrschieber eine hin- und hergehende Bewegung ausführt. Das abzusaugende Gas tritt durch den Ansaugstutzen und eine seitliche Öffnung im Sperrschieber in den sichelförmigen Schöpfraum ein, der sich bei der Drehung laufend vergrößert, wodurch die Schöpfwirkung zustande kommt.

Wenn der Drehkolben den oberen Totpunkt erreicht hat (kurz nach Stellung III, Abb. 16, bzw. Stellung 5, Abb. 17), ist der Schöpfraum maximal geworden. Gleichzeitig ist der Sperrschieber so weit oben, dass seine seitliche Öffnung verschlossen ist. Beim Weiterdrehen bildet sich vom Volumen Null ausgehend (daher kein schädliches Volumen) ein neuer Schöpfraum. Das beim vorhergehenden Zyklus abgepumpte Gas kommt in den Verdichtungsraum und wird dort beim Weiterdrehen

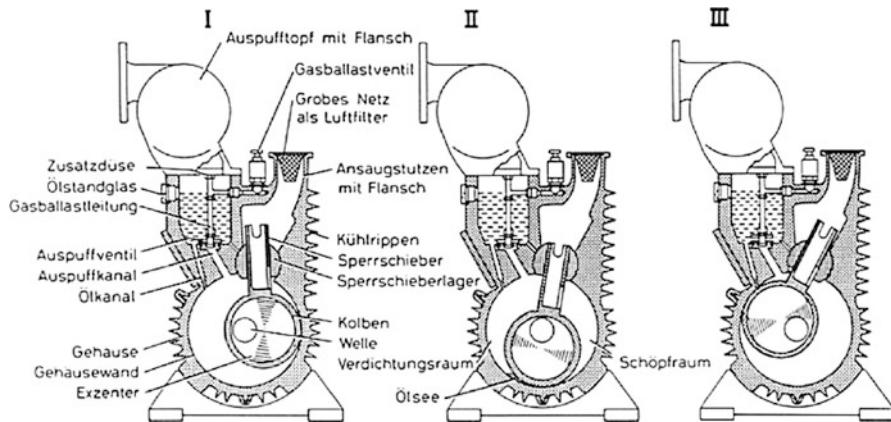


Abb. 16 Pump-Phasen I bis III einer Sperrschieberpumpe

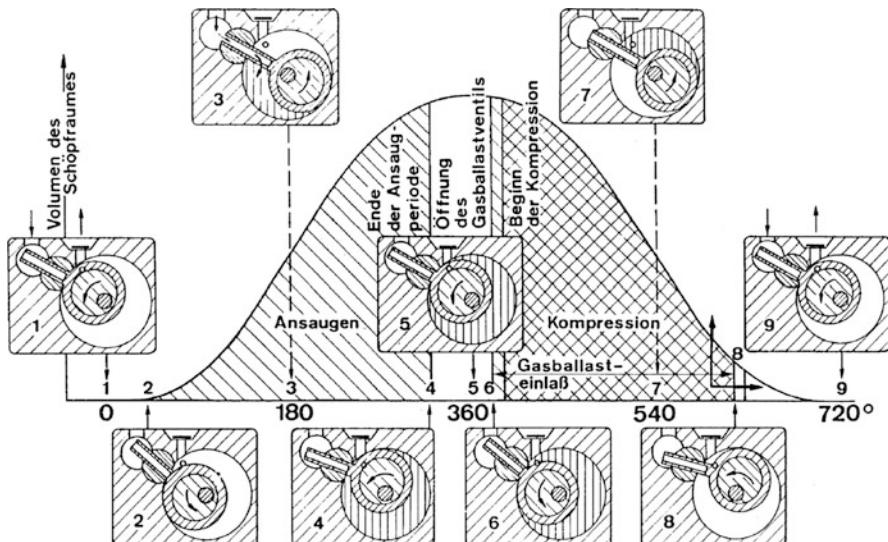


Abb. 17 Arbeitszyklus einer Sperrschieberpumpe: *Stellung 1:* Oberer Totpunkt. *Stellung 2:* Der Schlitz am Saugkanal des Schiebers wird freigegeben, Beginn der Ansaugperiode. *Stellung 3:* Unterer Totpunkt. Der Schlitz am Saugkanal ist ganz frei. Das abzusaugende Gas (Pfeile) tritt frei in den Schöpfraum (schraffiert gezeichnet) ein. *Stellung 4:* Der Schlitz am Saugkanal wird durch die Lamellen wieder verschlossen. Ende der Ansaugperiode. *Stellung 5:* Oberer Totpunkt, max. Rauminhalt des Schöpfraumes. *Stellung 6:* Kurz vor Beginn der Kompressionsperiode gibt die Stirnfläche des Pumpenkolbens die Gasballastöffnung frei. Beginn des Gasballasteinlasses. *Stellung 7:* Gasballastöffnung ist ganz frei. *Stellung 8:* Ende des Gasballasteinlasses. *Stellung 9:* Ende der Pumpperiode

durch ständiges Verkleinern dieses Raumes so lange verdichtet, bis sich das Auspuffventil bei etwa 105 kPa (1050 mbar (hPa)) öffnet und das Gas ausgestoßen wird.

Die Ölfüllung ist so gewählt, dass das Auspuffventil im Betrieb bei niedrigen Drücken stets ölderlagert ist, während es bei vollem Durchsatz frei von Öl bleibt. Die ausgestoßene Luft wird in einen dem Ventilraum nachgeordneten Auspuffraum weitgehend mechanisch vom mitgerissenen Öl befreit. Durch Bohrungen und Kanäle wird erreicht, dass an den Stirnflächen des Drehkolbens und Sperrschiebers überall ständig genügend Öl vorhanden ist und sich zwischen Schöpfraum und Verdichtungsraum ein mit dem Kolben umlaufender Ölsee bleibt, so dass beide Räume gut gegeneinander abgedichtet sind.

Der Ölsee zwischen Schöpf- und Verdichtungsraum füllt bei geringem Gasdurchsatz kurz vor dem oberen Totpunkt den Ventikanal ganz mit Öl. Dadurch wird zwar erreicht, dass auch im Verdichtungsraum kein schädliches Volumen entsteht; beim Weiterdrehen öffnet sich das Ventil jedoch durch den Ölschlag plötzlich, wodurch auch bei den Sperrschieberpumpen das Ventilkloppern vieler Pumpen bei Enddruck verursacht wird. Die Drehfrequenz des Exzentrers liegt im Intervall 400 min^{-1} – 600 min^{-1} und ist so erheblich geringer als die übliche Drehfrequenz von ölgedichteten Drehschieberpumpen (Abschn. 2.3).

Auch die Sperrschieberpumpe ist neben einer Gaspumpe gleichzeitig eine Ölpumpe und auch hier ist der Ölkreislauf ebenso wichtig wie die Gasführung. In Abb. 18 und 19 ist eine Sperrschieberpumpe im Schnitt und in einer Ansicht gezeigt. Das Schnittbild zeigt, wie eine Pumpe mit zwei Drehkolben, deren Längen sich wie 2 : 1 verhalten und die um 180° versetzt sind, über ein Zahnradpaar von einem Motor direkt angetrieben wird. Als Besonderheit bei dieser Bauweise ist zu erwähnen, dass die Luft des Motorgebläses, die über die Pumpe hinwegstreicht, gleichzeitig als Pumpenkühlung dient. Rippen, die bei größeren Pumpen am

Abb. 18 Schnitt durch eine Sperrschieberpumpe (schematisch)

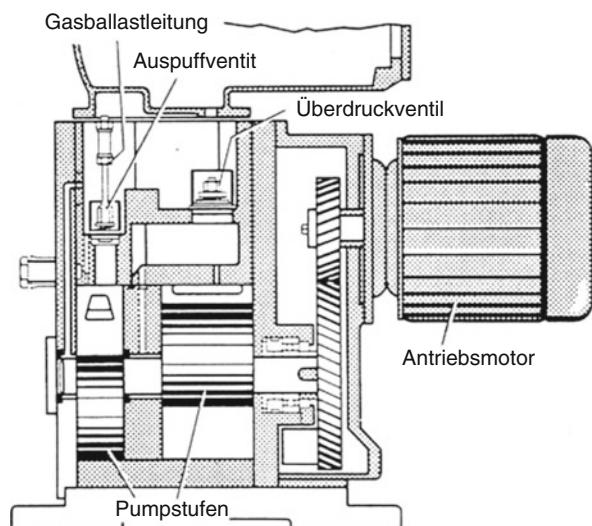
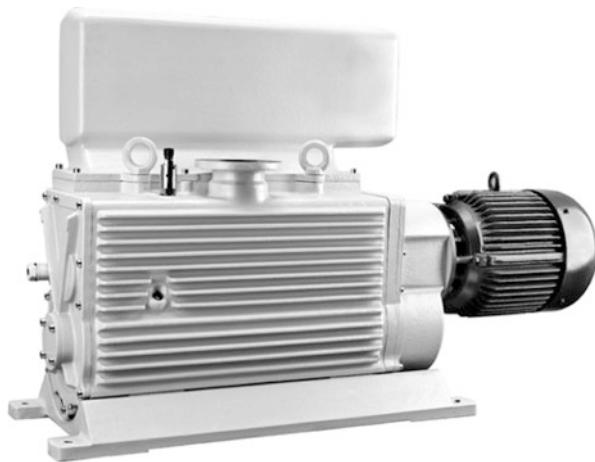


Abb. 19 Ansicht einer Sperrschieberpumpe mit einem Saugvermögen von $250 \text{ m}^3/\text{h}$. Gesamtlänge: 1190 mm; Gesamthöhe: 740 mm. Mit freundlicher Genehmigung der Oerlikon Leybold GmbH



Pumpengehäuse angebracht sind, vergrößern die Wärmeübergangsflächen. Je größer die Baueinheiten bei den Sperrschieberpumpen werden, desto weniger reicht jedoch eine Luftkühlung aus. Daher sind alle großen Sperrschieberpumpen wassergekühlt.

Die beiden Drehkolben wirken als Pumpstufen. Bei einstufigen Pumpen sind beide Stufen parallel geschaltet. Bei zweistufigen Pumpen ist die Auspuffseite der ersten Stufe mit der Ansaugseite der zweiten Stufe verbunden. Wegen der verschiedenen Längen der Kolben, die in dem gewählten Beispiel aus Gründen des Massenausgleichs nötig sind, haben die Pumpstufen verschiedene Saugvermögen. Der längere Kolben ist als Hochvakuumstufe geschaltet. Dadurch entsteht bei hohen Ansaugdrücken zwischen den Pumpstufen ein Überdruck, der durch ein Überdruckventil direkt in den Auspuff abgeleitet wird. (Wegen der Abstufung 2 : 1 entsteht von Umgebungsdruck kommend bis 50 kPa (500 mbar) Ansaugdruck ein Überdruck zwischen den Stufen.)

Abb. 20 zeigt schematisch die Gasführung bei ein- und zweistufigen Pumpen. Selbstverständlich ist bei der zweistufigen Pumpe die Ölführung so, dass Öl, das mit dem Gas vom Umgebungsdruck in Berührung war, zuerst in die Vorvakuumstufe geleitet wird, wo es ent gast wird.

Die Hintereinanderschaltung bzw. Parallelschaltung der Pumpstufen wird durch geeignete Strömungs kanäle in der Pumpe vorgenommen, deshalb unterscheiden sich ein- und zweistufige Bauweisen äußerlich in den gewählten Beispielen überhaupt nicht. Die einstufige Pumpe hat bei gleichem Bauvolumen aber ein um etwa 50 % größeres Saugvermögen. Bei Pumpen für höheres Saugvermögen werden lediglich längere Drehkolben verwendet, während die Pumpendurchmesser die gleichen bleiben. Die Abstufung ist so gewählt, dass der kleine Kolben der nächst größeren Pumpe gleich dem größeren Kolben der nächst kleineren Pumpe ist. Daher kommt man mit wenigen Kolbentypen aus.

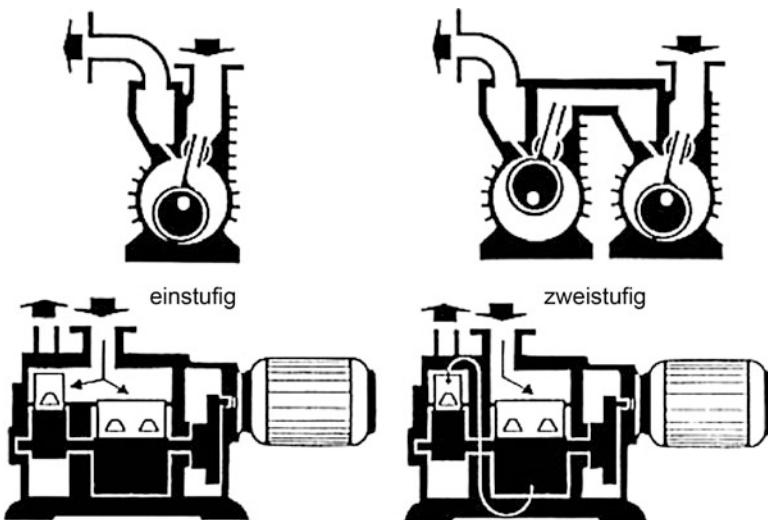


Abb. 20 Gasführung in einer Sperrschieberpumpe, einstufig oder zweistufig geschaltet

3.2 Vergleich zwischen Dreh- und Sperrschieberpumpen

Dreh- und Sperrschieberpumpen liefern etwa den gleichen Enddruck, so dass von dieser Seite kein Auswahlkriterium besteht.

Die Sperrschieberpumpe ist in ihrem Bewegungsablauf zwangsgeführ; der Kolben läuft berührungslos längs der Gefäßwand und unterliegt daher keiner Abnutzung. Verschleiß kann allerdings in den Lagern zwischen Exzenter und Kolben entstehen, sowie in der Führung des Kolbenhalses. Die relativ große Laufunruhe lässt sich durch Massenausgleich erheblich reduzieren.

Die Drehschieberpumpe ist in ihrem Bewegungsablauf nicht zwangsgeführ; ihre Schieber werden durch Federn oder durch Zentrifugalkraft (oder beides) an die Innenwand des Gehäuses gepresst, die Drehschieberpumpe arbeitet kraftschlüssig. Infolge der sehr geringen Unwuchten laufen Drehschieberpumpen nahezu erschütterungsfrei. Drehschieberpumpen moderner Konzeption arbeiten mit separaten, vom Schmierölkreislauf getrennten Lagern, so dass im Pumpenraum selbst lediglich die Schieber einem geringen Verschleiß unterworfen sind. Dies ist durch ständige Verbesserung der verwendeten Werkstoffe erreicht worden. Dadurch, dass die anspruchsvollere Lagerschmierung von der unkritischen Schmierung im Pumpenraum getrennt ist, kann diese den verschiedenen industriellen Applikationen angepasst werden, d. h. eine breite Palette unterschiedlicher Schmiermittel verwendet werden.

In Großanlagen der chemischen, aber auch anderer Industrien werden daher neben großen Sperrschieberpumpen auch große Drehschieberpumpen verwendet, deren Nennsaugvermögen einige $100 \text{ m}^3/\text{h}$ beträgt.

4 Trochoidenpumpen

Da sich jede normale Kolbenmaschine bei entsprechender Ventilsteuerung auch als Vakuumpumpe verwenden lässt, lag der Gedanke nahe, die Idee des Kreiskolbenmotors auch auf eine Vakuumpumpe zu übertragen. Diese Überlegungen führten zu der unter dem Namen Trochoidenpumpe¹ bekannt gewordenen Vakuumpumpe.

Obwohl sich diese Pumpen aus wirtschaftlichen Gründen wegen der relativ hohen Fertigungskosten der Ellipsen- und Kardiodenform von Kolben und Gehäuse nicht haben durchsetzen können, soll hier kurz ihre Wirkungsweise beschrieben werden, weil sie von der Idee her sehr interessant sind.

Die Wirkungsweise einer Trochoidenpumpe zeigt Abb. 21.

Ein elliptischer Kolben bewegt sich exzentrisch über eine Welle drehend und in einer Verzahnung abgestützt in einem Gehäuse. Dabei bleibt ein Punkt des Gehäuses in ständigem abdichtendem Kontakt mit dem Kolben. Von diesem Punkt her bildet sich der Schöpfraum (bei Volumen Null beginnend) und saugt dabei das abzupumpende Gas aus dem Rezipienten nach. Die beiden „Spitzen“ des Kolbens sind die anderen Dichtstellen, die sich entlang des Gehäuses bewegen, ohne es zu berühren. Die Abdichtung erfolgt durch das in den Pumpenraum gebrachte Öl. Solange der Schöpfraum zum Saugstutzen hin offen bleibt, kann Gas nachströmen. Nachdem die Spitze des Kolbens die Kante des Saugstutzens passiert hat, beginnt bei abgeschlossenem Schöpfvolumen die Verdichtung des Gases, bis der Druck erreicht ist, der zum Öffnen des Auspuffventils benötigt wird (ca. 1100 mbar (hPa)). Das Auspuffventil ist so gestaltet, dass eine Ölüberlagerung gewährleistet ist.

Von den möglichen Trochoidenformen für Gehäuse und Rotor kommt nur der Rotor als Hypotrochoide in Frage, weil diese Form als einzige die Bedingungen für eine Vakuumpumpe erfüllt (fester Punkt zwischen Saug- und Druckstutzen, Schöpfvolumen immer mit Null beginnend). Die Berechnung der dieser Pumpe zugrunde liegenden Hypotrochoide findet man in [5].

Im Bewegungsablauf kann die Trochoidenpumpe als eine Mischung zwischen Dreh- und Sperrschieberpumpe betrachtet werden. Die Kolben bewegen sich formschlüssig, während die Dichtleiste, ähnlich wie die Schieber der Drehschieberpumpe, kraftschlüssig an den Kolben gepresst wird und auf ihm gleitet. Die kurzen und großen Ansaugquerschnitte führen dazu, dass bei der Trochoidenpumpe das Saugvermögen erst bei niedrigen Ansaugdrücken abfällt.

Da nur rotierende Massen vorhanden sind, kann die Trochoidenpumpe wie die Drehschieberpumpe völlig ausgewuchtet werden, wobei nur noch die transportierten

¹Unter Zykloide, Epi-Zykloide, Hypo-Zykloide versteht man eine Kurve, die ein Punkt auf der Peripherie eines (Roll-)Kreises beschreibt, wenn dieser gleitungsfrei auf einer Geraden, auf der Außenseite einer feststehenden Kreislinie oder auf deren Innenseite abrollt. Trochoide, Epi-Trochoide, Hypo-Trochoide nennt man die analogen Kurven, die durch einen Punkt auf der Rollkreisebene innerhalb oder außerhalb der Peripherie beschrieben werden [6].

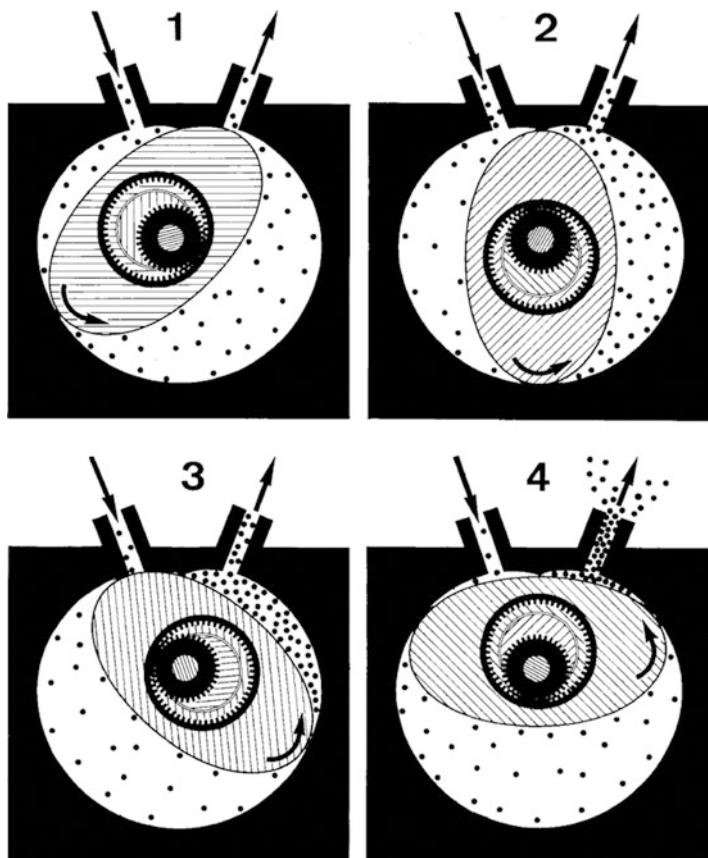


Abb. 21 Pump-Phasen einer Trochoidenpumpe

Ölmengen zu kleinen Unwuchten führen können. Dies bedeutet, dass die Trochoidenpumpe mit den gleichen hohen Drehzahlen betrieben werden kann wie eine Drehschieberpumpe, obwohl sie – als Sperrschieberpumpe betrachtet – nur etwa die Hälfte bis ein Drittel der bei Drehschieberpumpen üblichen Drehzahlen erlauben sollte. Dadurch wird das auf das Nennsaugvermögen bezogene Volumen des eigentlichen Pumpaggregates klein.

5 Scroll-Pumpen (Spiralpumpen)

Die Scroll-Pumpe ist eine neuere Entwicklung einer trockenen, gegen Atmosphärendruck verdichtenden Verdrängerpumpe. Das Funktionsprinzip der Scroll-Verdichtung (scroll, englisch: „Schnecke, Spirale“) geht auf ein Patent des Franzosen *Leon Creux* im Jahr 1905 zurück. Zu dieser Zeit ließen sich jedoch die Teile nicht

mit der nötigen Stabilität und Präzision herstellen. Um 1970 wurde das Verdichtungsprinzip in den USA neu aufgegriffen und als Kompressor für Kälteanlagen eingesetzt. Die deutlich höhere Effizienz gegenüber Kolbenkompressoren verhalf zu Zeiten der Energiekrise dem Scroll-Kompressor zu weiter Verbreitung. Mitte der 1990er-Jahre baute die japanische Firma Iwata die ersten Scroll-Vakuumpumpen, die sich seitdem auch durch andere Hersteller stark verbreiten.

5.1 Das Verdichtungsprinzip

Ein Scroll-Verdichter besteht aus zwei archimedischen Spiralen, die ineinander gestellt werden. Jede der beiden Spiralen besteht aus einer äquidistanten Spiralwand, die auf einer runden Grundplatte aufgebaut ist. Stellt man sie um 180° verdreht gegenüber und schiebt sie ineinander, so umschließen die Wände abschnittsweise halbmondförmige Volumina. Durch eine zentrale Oszillation („Wobbeln“, engl. orbiting) der einen Schale gegen die andere wandert dieses Volumen innerhalb der Spiralwände weiter (Abb. 22). So wird eine positive Verdrängung erreicht. Der Gaseinlass kann von außen erfolgen, der Auslass mittig durch eine Bohrung in axialer Richtung.

Entsprechend der Entstehungsgeschichte, wurden erste theoretische Grundlagen von Sawada vorgestellt [7]. Die Tatsache, dass während des Gastransportes alle Strömungstypen von turbulent bis molekular durchlaufen werden, erschwert die Berechnung. Die Autoren betrachteten ein einzelnes transportiertes Gasvolumen V , legten isotherme Verhältnisse zu Grunde und berechneten die geförderte Gasmenge iterativ entlang eines kompletten Spiraldurchlaufes. Die Ergebnisse wurden durch Messungen an einer realen Pumpe überprüft. Dabei stellte man fest, dass für Drehzahlen unterhalb der Nominaldrehzahl (1500 min^{-1}) der tatsächliche Enddruck schlechter ist als der errechnete. Dieser Effekt wurde darauf zurückgeführt, dass die luftgekühlten äußeren Halbschalen Wärme abführen, wodurch sich die Abstände zur inneren Komponente vergrößern und dadurch die Rückströmung vergrößert wird. Die Autoren wiesen im Experiment durch einen schnellen Übergang zur niedrigen Drehzahl nach, dass die theoretischen Werte erreicht werden.

Dies ist ein wichtiger Aspekt bei der Auslegung von Scroll-Pumpen, die ihre besten Leistungsdaten im gleichmäßig durchwärmten Zustand erreichen.



Abb. 22 Der Weg des Gases in der Scroll-Spirale. Mit freundlicher Genehmigung von E. Reuschling, Edwards GmbH

5.2 Aufbau

Scroll-Pumpen benötigen von ihrem Prinzip her keine Ein- und Auslassventile. Die Scroll-„Halbschalen“ werden üblicherweise auf CNC-Maschinen aus Aluminium gefräst. Die Höhe der Spiralwände (im cm-Bereich), deren Abstand sowie die Drehzahl definieren die Saugleistung. Die Länge des Spiralweges definiert (wegen der dynamischen Dichtung) den erreichbaren Enddruck. Durch Beschichtung der Spiralwände mit Teflon kann Reibung vermindert und die chemische Resistenz erhöht werden. An den Stirnflächen, also auf der Oberkante der Spiralwände, muss eine Dichtung zur Gegenfläche erfolgen. Dies wird durch eine flexibel gelagerte Dichtung, meist ein Kunststoff-Compound mit rechteckigem Querschnitt, erreicht. Die oszillierende Halbschale ist rückseitig an ein Exzentergetriebe angeschlossen.

Toleranzen im Getriebe und in der Fertigung der Halbschalen sind kritische Faktoren für ein mögliches Blockieren der Spiralen. Bei genügend engen Toleranzen ($<1/10\text{ mm}$) ist kein Dichtmedium nötig – die Pumpe dichtet mit geringer Rückströmung dynamisch. Die Toleranzen müssen auf das thermische Gleichgewicht im Pumpenraum abgestellt werden. Das Getriebe wird von einem direkt gekoppelten Elektromotor versorgt, d. h., die Pumpe kann mit einer Drehzahl über 1000 min^{-1} laufen.

Aufgrund der Abhängigkeit des Enddruckes vom Gasweg wurden schon frühzeitig mehrstufige Scrolls entwickelt. Eine kompakte Lösung ist es, die bewegte Komponente vorder- und rückseitig mit dem Scroll-Aufbau zu versehen und symmetrisch mit Scroll-Halbschalen zu verschließen (Abb. 23). Das Gas durchläuft dann nach der Spirale auf der Vorderseite noch die auf der Rückseite, was den Enddruck deutlich verbessert. Dennoch hat diese Variante auch Nachteile wie

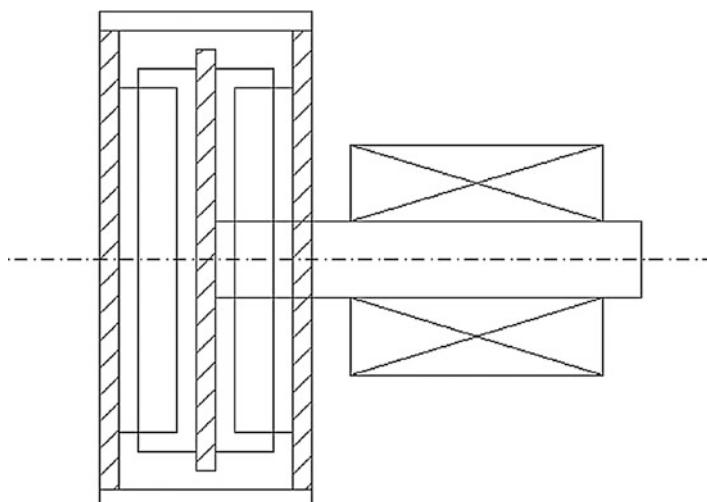


Abb. 23 Prinzipschema des Aufbaus einer zweistufigen Scroll-Pumpe, rechts ist der Antrieb angedeutet. Mit freundlicher Genehmigung der Edwards GmbH, Wiesbaden

z. B. komplexere Führung der bewegten Komponente, es ist keine hermetische Version möglich (siehe unten) u. a. m.

Neuerdings wird am Eingang der Scroll-Spirale der Gasweg in mehrere Kanäle aufgeteilt, die sich weiter innen vereinigen, was die Kompression erhöht und damit auch bei einstufigen Pumpen Endvakua im 0,1 Pa-Bereich ermöglicht.

Neuere Entwicklungen machen sich ein Patent aus der Nukleartechnik zu Nutze, bei dem der gesamte exzentrische Antrieb mit allen Kugellagern sich unter einem Edelstahlbalg befindet, der an die bewegte Halbschale anschließt (Abb. 24). Der Balg macht die Walkbewegung bei theoretisch unendlicher Lebensdauer mit. Somit kann kein gefördertes Medium die Lager schädigen und umgekehrt kein Lagerfett das Vakuum verunreinigen.

5.3 Anwendungen und Vorteile

Ölfreie Scroll-Pumpen können im mittleren Saugleistungsbereich ($5 \text{ m}^3/\text{h}$ – $30 \text{ m}^3/\text{h}$) ölgedichtete Drehschieberpumpen gleichwertig ersetzen. Die Enddrücke liegen im Bereich von einigen Pa und sind somit etwas höher als bei zweistufigen Drehschieberpumpen. Scroll-Pumpen werden jedoch vermehrt als Bestandteile ölfreier Hochvakuumpumpsysteme benutzt, insbesondere in Kombination mit Turbomolekularpumpen mit Holweck- oder Gaede-Stufe, wo dieser Enddruck der Scroll-Pumpe ausreicht. Auch in vielen Bereichen der Forschung und Analytik, so bei Herstellern von Analysegeräten, Elektronenmikroskopien oder Inertgas-Gloveboxen, findet die Scroll-Pumpe zunehmend Verbreitung.

Im Bereich kleinstter Saugleistungen sind Membranpumpen wirtschaftlicher, weil sich die Grundkosten einer Scroll-Pumpe nicht wesentlich mit der Baugröße verringern. Große Saugleistungen können noch nicht bedient werden, weil entsprechende Exzentergetriebe zu aufwändig wären.

Die wesentlichen Vorteile der Scroll-Pumpe sind ein weitgehend oder völlig ölfreier Betrieb (abhängig von der Abschottung der Lager vom Vakuumraum),

Abb. 24 Ansicht einer aufgeschnittenen Scroll-Pumpe. Ganz links sitzt der Scheibenläufer-Motor, mittig der Exzenter-Antrieb – vollständig gekapselt von einem Edelstahl-Wellbalg, rechts der Pumpenraum. Mit freundlicher Genehmigung der Edwards GmbH, Wiesbaden



d. h. hohe Reinheit des Vakuums, keine Entsorgungskosten von Betriebsmitteln (Pumpenöl), primär nur ein bewegtes Teil, keine Ventile, kaum Verschleißteile, durch hohe Drehzahlen hohe Effizienz bei geringer Antriebsenergie.

Literatur

1. DIN 28431: Abnahmeregeln für Flüssigkeitsringvakuumpumpen
2. Redhead, P.A.: Vacuum and the electron tube industry. *J. Vac. Sci. Technol. A* **23**, 1252–1259 (2005)
3. Gaede, H.: Wolfgang Gaede, Der Schöpfer des Hochvakuums. Verlag A. Braun, Karlsruhe (1954)
4. PNEUROP: Vakuumpumpen, Abnahmeregeln Teil 1. Maschinenbau-Verlag GmbH, Ffm (1979)
5. Wutz, M.: Vakuumpumpen nach dem Kreiskolbenprinzip. *VDI-Z.* **117**(6), 271–281 (1975)
6. Brieskorn, E., Körner, H.: Ebene algebraische Kurven. Birkhäuser, Basel (1981)
7. Sawada, et al.: Experimental verification of theory for the pumping mechanism of a dry-scroll vacuum pump. *Vacuum* **53**, 233–237 (1999)

Weiterführende Literatur zu Flüssigkeitsringpumpen

- Faragallah, W.H.: Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen und -Kompressoren. Vulkan-Verlag, Essen (1989)
- Bannwarth, H.: Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen, -Kompressoren und -Anlagen: konventionell und hermetisch, 2. Aufl., 490 S. VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim (1991/1994)
- Segebrecht, U.: Flüssigkeitsringvakuumpumpen und Flüssigkeitsringkompressoren: Technik und Anwendung. Verlag Moderne Industrie, Landsberg/Lech (1993)
- Jünemann, A.: Grundlagen zur Auslegung von Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen und -Kompressoren: Technische Information. Sterling SIHI GmbH, Itzehoe (1994)
- Teifke, J.: Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen als verfahrenstechnische Maschine. Fachhochschule Westküste, Heide (1995)
- Faragallah, W.H.: Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen und -Kompressoren, Im: Eigenverlag, Pf. 2502, D-6231 Schwalbach/Ts., 2. Aufl. (1985)

Weiterführende Literatur zu Verdrängerpumpen

- Gaede, W.: Gasballastpumpen, Zeitschrift f. Naturforschung. **2a**, 233–238 (1947)
- Knobloch, D.: Wirkungsweise und Eigenschaften von Verdrängerpumpen – Verschiedene Bauarten für eine Aufgabe. Technische Rundschau **36**, 148–156 (1989)
- Jorisch, W.: Vakuumtechnik in der Chemischen Industrie, S. 82–88. Wiley-VCH, Weinheim (1999)
- Grabow, G.: Optimalbereiche von Fluidenergiemaschinen – Pumpen und Verdichter. Forschung im Ingenieurwesen, **7**, 100–106. (2002)
- Knobloch, D.: Verdrängerpumpen I. VDI-Bildungswerk, Handbuch Vakuumtechnik BW41-01-36, Stuttgart (1984)
- DIN 28400: Benennungen und Definitionen. Blatt 1: Grundbegriffe, Einheiten, Vakumbereiche, Kenngrößen, Grundlagen, Blatt 2: Vakuumpumpen, -zubehör, -anordnung und -betrieb. Beuth Verlag GmbH, Berlin
- Mathy, C.: Energy saving in industrial vacuum by the use of liquid ring machines. In: Proceeding of the 8th International Vacuum Congress, Cannes, Suppl. Rev. Le Vide. **2**(295), 38–48 (1980)

- Bartels, D.: Vakuumpumpen in der chemischen Industrie. Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen/A. VakuumTechnik. **29**(5), 131–140 (1980)
- Adam, R.W., Dahmlos, C.: Vakuumpumpen in der chemischen Industrie. Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen/B. Vakuum-Technik. **29**(5), 141–148 (1980)
- Powle, U.W., Kar, S.: Investigations on pumping speed and compression work of liquid ring vacuum pumps. Vacuum **33**(5), 255–263 (1983)
- Segebrecht, U.: Förderung von trockener Luft etc. In: Handbuch Verdichter, Teil II Vakuumpumpen, S. 356–363. Vulkan-Verlag, Essen (1990)
- Teifke, W., Bohnet, M.: Vakuumpumpen in der Verfahrenstechnik. In: Handbuch Verdichter, Teil II Vakuumpumpen, S. 250–260. Vulkan-Verlag, Essen (1990)



Zweiwellige Rotationsverdrängerpumpen 15

Karl Jousten, Uwe Friedrichsen und Erik Lippelt

Zusammenfassung

Zu den zweiwelligen Rotationsverdrängerpumpen gehören die Schrauben-, Klauen- und Wälzkobenpumpen. Schraubenpumpen sind Verdrängerpumpen, bei denen das Gas in einem von zwei Schrauben gebildeten Zahnprofil eingeschlossen und verdichtet wird. Es wird in Längsrichtung gefördert, während es bei Klauen- und Wälzkobenpumpen radial gefördert wird. Die Spaltweiten sind bei allen diesen Pumpen recht klein. Die Erwärmung bei der Gasförderung ist bei diesen Pumpen daher besonders kritisch.

1 Schraubenpumpen

Schrauben-Vakuumpumpen (kurz: Schraubenpumpen) sind trocken laufende Verdrängerpumpen für Ansaugdrücke im Grob- und Feinvakuum. Das Funktionsprinzip beruht darauf, dass zwei berührungslos und in entgegengesetzter Drehrichtung rotierende schraubenförmige Rotoren über ihrer Länge mehrere Kamervolumina ausbilden und kontinuierlich von der Saugseite zum druckseitigen Austritt bewegen.

Schraubenpumpen lassen sich sowohl in zwei Rotortypen mit symmetrischen und asymmetrischen Zahnprofilformen als auch in verschiedene Prinzipien der Gaskompression in der Arbeitskammer unterteilen. Die Kompression konventioneller Schraubenpumpen wird durch das Fördern gegen eine druckseitige Endplatte mit definierter Austrittssteueröffnung erreicht. Demgegenüber wird die Kompression

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland
E-Mail: karl.jousten@ptb.de

U. Friedrichsen · E. Lippelt

Busch Produktions GmbH, Maulburg, Deutschland
E-Mail: uwe.friedrichsen@busch.de; lippelt@busch.de

des Fördermediums bei Schraubenpumpen neuerer Bauart durch eine veränderliche Steigung der Zahnprofile mit offenem Gasaustritt aus den Schraubenrotoren bewirkt.

Sowohl die asymmetrischen als auch die symmetrischen Zahnprofilformen sind ursprünglich für Schraubenverdichter entwickelt worden. Erste Patentveröffentlichungen lassen sich bis zum Jahr 1917 zurückverfolgen. Die industrielle Nutzung von Schraubenrotoren als trocken laufende Vakuumpumpen begann etwa 1990. Im Gegensatz zu Schraubenverdichtern, die etwa seit 1950 industriell eingesetzt werden und mehrheitlich mit Öl als Betriebsmittel zum Dichten und zur Wärmeabfuhr arbeiten, benötigen Schraubenpumpen nur bei sehr wenigen Anwendungen ein Betriebsmittel im Arbeitsraum.

Aus diesem Grund und wegen des weiten Arbeitsbereiches, d. h. mit einem Nennsaugvermögen von $70 \text{ m}^3/\text{h}$ bis $2500 \text{ m}^3/\text{h}$ bei Ansaugdrücken zwischen Umgebungsdruck und $0,001 \text{ mbar}$, haben sie sich in der chemischen und pharmazeutischen Verfahrenstechnik sowie in der Halbleiterproduktion und anderen Industrien etabliert. In vielen Anwendungen werden sie wegen der niedrigen Ansaugdrücke auch als Vorpumpen in Kombination mit Wälzkolbenpumpen oder anderen Vakuumpumpen für das Fein- und Hochvakuum eingesetzt.

1.1 Wirkungsweise und technischer Aufbau

Schraubenpumpen sind Zweowellemaschinen mit parallel angeordneten schraubenförmigen Rotoren, die im Betrieb berührungslos ineinander greifen und in entgegengesetzter Drehrichtung rotieren. Dabei wird das Fördermedium auf der Saugseite in einer oder mehreren Kammern eingeschlossen und zur Druckseite gefördert.

Den Fördervorgang einer konventionellen Schrauben-Vakuumpumpe mit asymmetrischem Zahnprofil konstanter Steigung, bei dem auf der Druckseite gegen eine Endplatte mit Steueröffnung verdichtet wird, zeigen die Abb. 1a–d. Der Ansaugstutzen ist radial zwischen den schraubenförmigen Rotoren oberhalb der Vakuumpumpe angeordnet. Von hier füllt sich die erste Kammer mit dem Fördermedium. Die gesamte axiale Ausdehnung einer einzelnen Kammer ist aus den Bildern nicht ersichtlich, weil sie sich unter den sichtbaren Rotorkonturen bis zu einem Umschlingungswinkel eines betrachteten Zahnprofils von 720° fortsetzt.

Über der Länge der Schraubenrotoren bilden sich daher insgesamt 2,5 Arbeitskammern jeweils um beide Rotoren herum aus, die fortwährend Fördermedium von der Saugseite zur Druckseite transportieren. Bei dem dargestellten asymmetrischen Zahnprofil bilden sich die Kammern derart aus, dass die Spalthöhe über die gesamte Breite ihrer Dichtspalte näherungsweise konstant bleibt. 2,5 Arbeitskammern sind notwendig, um die Rückströmung des Gases hinreichend klein zu halten. Die Verdichtung an der druckseitigen Steueröffnung verursacht lokal einen Anstieg der Gastemperatur und einen pulsierenden Abgasstrom.

Die im Betrieb entstehende Verdichtungswärme muss mit Kühlflüssigkeit abgeführt werden. Für größere Baugrößen wird zunehmend Kühlgas, sogenannter Gasballast verwendet, das nahe dem druckseitigen Ende der Arbeitskammer eingeleitet wird und damit die Abgastemperaturen begrenzt.

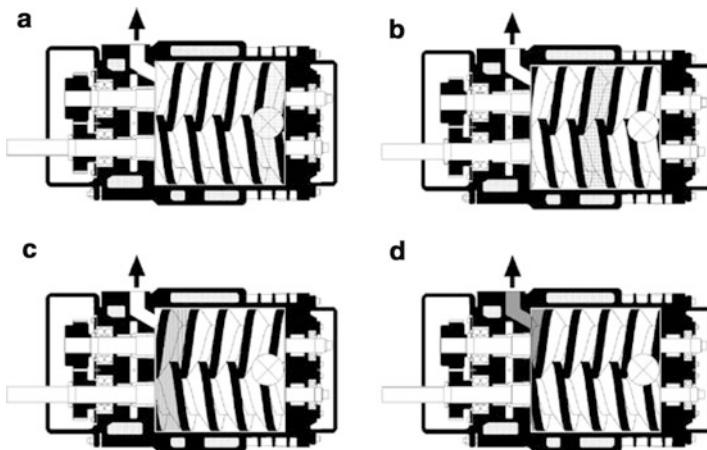


Abb. 1 Fördervorgang in einer konventionellen Schrauben-Vakuumpumpe: **a** Ansaugen
b Transportieren **c** Verdichten und **d** Ausstoßen

Durch die hohen Abgastemperaturen dehnen sich die Schraubenrotoren nach dem Betriebsstart so lange aus, bis ein thermisches Gleichgewicht erreicht ist. Wie auch bei anderen trockenlaufenden Vakuumpumpen (z. B. Wälzkolbenpumpen oder Klauenpumpen) bleiben die gekühlten Gehäuseteile wegen der niedrigeren Temperaturen weitgehend in ihren geometrischen Abmaßen und verursachen damit eine Aufzehrung der radialen Spaltspiele. Erst mit dem Erreichen des thermischen Gleichgewichtzustands stellen sich stabile Ansaugdrücke ein.

Abb. 2 zeigt eine Übersicht der heute verwendeten Schraubenrotoren. Es ist die übergeordnete Einteilung in Schraubenrotoren mit symmetrischem und asymmetrischem Zahndesign zu erkennen.

Auf der rechten Seite sind die verschiedenen Formen von Schraubenrotoren mit asymmetrischem Zahndesign abgebildet, von denen die beiden linken in der Bildmitte gezeigten Rotoren eine weitgehend konstante Spalthöhe über die ganze Breite der Kammerdichtpalte aufweisen und zudem eine Kammerform ausbilden, die jeweils um beide Schraubenrotoren herumreicht. Neben dem Schraubenmotor mit konstanter Steigung ist ein Profil mit zwei Stufen jeweils konstanter Steigung dargestellt. Der Verdichtungsvorgang beginnt bei diesem Schraubenmotor bereits weiter saugseitig in der Arbeitskammer. Trotzdem bleibt eine abschließende druckseitige Endplatte mit Steueröffnung erforderlich. Ganz rechts im Bild befindet sich eine neuartige Rotorgeometrie mit kontinuierlicher Steigungsänderung. Diese Rotorgeometrie erreicht ebenso fast konstante Spalthöhen um die Förderkammern. Darüber hinaus ist eine abschließende Verdichtung gegen eine Endplatte mit Steueröffnung nicht mehr erforderlich. Eine vereinfachte Darstellung dieser Schrauben-Vakuumpumpe zeigt Abb. 3. Mit dieser Rotorgeometrie wurden für schwierige Anwendungen beispielsweise der chemischen Verfahrenstechnik mehrere Forderungen erreicht. Zu nennen sind der freie Abfluss flüssiger Anteile des Fördermediums, eine vergleichsweise

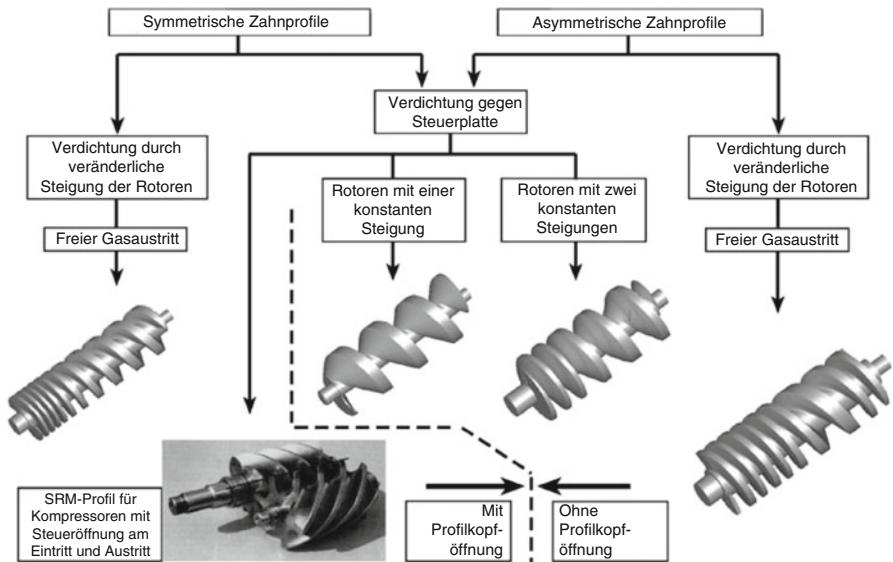
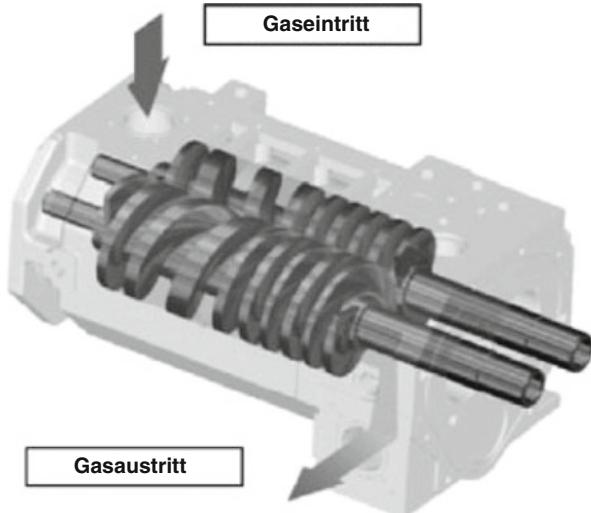


Abb. 2 Einteilung der Schraubenrotoren in symmetrische und asymmetrische Zahnprofilgeometrien

Abb. 3 Vereinfachte Darstellung einer modernen Schraubenpumpe mit veränderlicher Steigung der Schraubenrotoren und asymmetrischem Zahnprofil



hohe innere Verdichtung zum Verringern der Leistungsaufnahme sowie eine niedrige Rotordrehzahl zur einfachen Beherrschung verschiedener Wellenabdichtungen.

Abb. 4 zeigt eine moderne Schrauben-Vakuumpumpe mit indirekter Wasserkühlung. Man erkennt stirnseitig an der Vakuumpumpe das äußere Gehäuse der Umwälzpumpe des Sekundärkreislaufes, an den über einen Wärmeübertrager der Primär-Kühlwasserkreislauf des Betreibers angeschlossen wird. Dieses Verfahren zur Begrenzung der Abgastemperaturen wird heute vorrangig genutzt.



Abb. 4 Schrauben-Vakuumpumpe mit einem Nennsaugvermögen von $630 \text{ m}^3/\text{h}$; geschlossener Kühlwasserkreislauf mit hinter der Pumpe angeordnetem Wärmeüberträger

Unten in Abb. 2 ist ein konventionelles asymmetrisches SRM-Profil (Svenska Rotor Maskiner) [1] abgebildet. Diese in Schraubenverdichtern mit verschiedenen symmetrischen und asymmetrischen Zahnprofilen eingesetzten Rotoren, bei denen jeweils der eine nur Zahnfüße und der andere nur Zahnköpfe hat, weisen oft unterschiedliche Zahnzahlen auf und damit unterschiedliche Antriebsmomente und unterschiedliche Drehzahlen [2]. Im Gegensatz zu allen anderen gezeigten Rotorgeometrien ist wegen des geringen Umschlingungswinkels jedes einzelnen Zahnprofils über die gesamte Rotorlänge auch eine saugseitige Steueröffnung erforderlich. Ein gemeinsames Merkmal von Schraubenpumpen mit Rotoren variabler Steigung, die ein symmetrisches Zahnprofil aufweisen (Abb. 2 links), ist die sogenannte Profilkopföffnung. Die Minimierung der Profilkopföffnung und damit des zurückfließenden Leckagestromes ist ein vorrangiges Ziel für die Rotorkonstruktion [3].

Eine Besonderheit der Rotoren mit dem abgebildeten symmetrischen Zahnprofil besteht darin, dass sich die einzelnen Kammern nicht um beide Rotoren herum ausbilden. Die im Eingriff befindlichen Zähne trennen die Kammern der beiden Rotoren voneinander. Es entsteht eine Vielzahl von Förderkammern, die aufgrund der unvermeidlichen Profilkopföffnungen mit höheren Drehzahlen betrieben werden müssen [4, 5]. Vorteile zeigen Rotoren mit symmetrischen Zahnprofilen bei der Übertragung der Verdichtungswärme für steigende Baugrößen der Vakuumpumpen. Etwa bei einem Saugvermögen größer $300 \text{ m}^3/\text{h}$ bewirkt die vergleichsweise größere Rotoroberfläche und der Leckagestrom durch die Profilkopföffnungen im Zusammenwirken mit einer direkten Flüssigkeitskühlung der Rotoren von innen eine effektive Senkung der Abgastemperaturen.

Zur Begrenzung der Abgastemperaturen werden heute mit zunehmender Baugröße und zusätzlich zur Gehäusekühlung mit Kühlflüssigkeit verschiedene Kühlmethoden eingesetzt:

- Gaskühlung durch Zufuhr von Fremdgas in den Arbeitsraum (Gasballast),
- Gaskühlung mittels Rückführung einer Teilmenge gekühlten Abgases in den Arbeitsraum und
- Gaskühlung durch direkte Kühlung der Schraubenrotoren von innen, beispielsweise mit Öl.

Die Methode der direkten Schraubenrotorkühlung von innen, bei der mit dem erforderlichen Massenstrom des Kühlmediums die Verdichtungswärme ohne Verwendung zusätzlicher Dichteelemente aus dem Arbeitsraum abtransportiert wird, hat sich aus Kostengründen bei modernen Schraubenpumpen nicht durchsetzen können.

Die Optimierung des Verdichtungsverlaufs durch eine veränderliche Steigung, d. h. eine weitere Erhöhung der durch die Steigungsänderung festgelegten Verdichtung, hat seine Grenzen bei der Leistungsaufnahme für höhere Ansaugdrücke.

Abb. 5 zeigt typische Kennlinien trocken laufender Schraubenpumpen. Für einen Vergleich der verschiedenen Schraubenrotor-Bauformen wurden unterschiedliche Baugrößen gewählt:

- Pumpe 1 mit $160 \text{ m}^3/\text{h}$ Saugvermögen, asymmetrischem Zahnprofil, konstanter Steigung des Zahnprofils und Verdichtung gegen eine Endplatte,
- Pumpe 2 mit $250 \text{ m}^3/\text{h}$ Saugvermögen, asymmetrischem Zahnprofil, veränderlicher Steigung des Zahnprofils ohne Verdichtung gegen eine Endplatte und
- Pumpe 3 mit $400 \text{ m}^3/\text{h}$ Saugvermögen, symmetrischem Zahnprofil, veränderlicher Steigung des Zahnprofils mit vergleichsweise hohem Verdichtungsverhältnis und ohne Verdichtung gegen eine Endplatte dargestellt.

Abb. 6 zeigt die zugehörigen Leistungsaufnahmekurven. Eine weitere Erhöhung des Verdichtungsverhältnisses als bei der Baugröße von $400 \text{ m}^3/\text{h}$ realisiert, würde

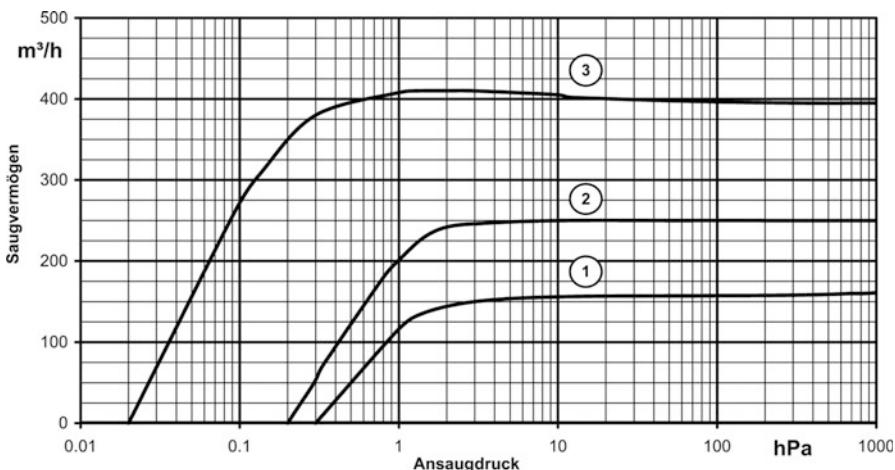


Abb. 5 Saugvermögenskurven für drei verschiedene Typen von Schraubenpumpen

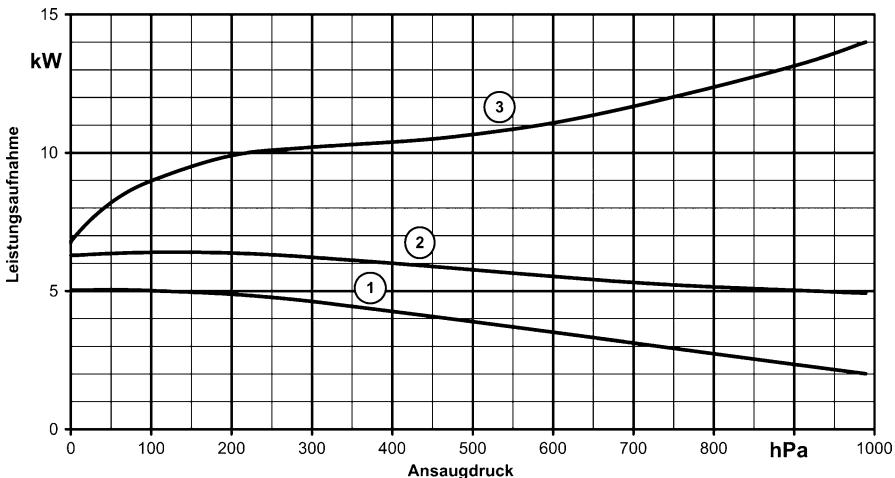


Abb. 6 Leistungsaufnahmekurven für die in Abb. 5 beschriebenen Schraubenpumpen

zwar die Leistungsaufnahme bei niedrigen Ansaugdrücken weiter senken, demgegenüber aber bei hohen Ansaugdrücken die Leistungsaufnahme stark ansteigen lassen. Die Leistungsaufnahme bei hohen Ansaugdrücken würde in diesem Fall den Einsatz eines unverhältnismäßig großen Antriebsmotors erfordern.

Bei allen abgebildeten Schraubenpumpen müssen die Rotoren saugseitig und druckseitig zum Gehäuse abgedichtet werden. Seit wenigen Jahren sind auch fliegende Lagerungen für die Schraubenrotoren üblich. Derartige Schraubenpumpen sind auf der Druckseite gelagert und müssen daher nur zum Getrieberaum abgedichtet werden. Dem Vorteil dieser Lagerung, keine saugseitige Abdichtung einsetzen zu müssen, steht das höhere Risiko des Berührens der Rotoren im Betrieb infolge von Parallelitätsabweichungen der beiden Rotoren gegenüber.

Unabhängig von der Lageranordnung werden sowohl berührende Dichtungen als auch berührungslose Dichtungen verwendet. Darüber hinaus sind verschiedene Kombinationen beider Dichtungsvarianten an den einzelnen Dichtstellen üblich.

Als berührungslose Dichtungen sind vielfach konventionelle, oft auch mit Sperrgas überlagerte Labyrinthdichtungen, die aus mehreren Kolbenringen bestehen, im Einsatz. Demgegenüber stehen die nicht berührungslosen Dichtungsvarianten:

- Wellendichtringe oder Kombinationen von Wellendichtringen,
- flüssigkeitsgeschmierte Gleitringdichtungen, die als Kühl- und Schmierflüssigkeit auf der Druckseite das vorhandene Getriebeöl verwenden und saugseitig ein eigenes Ölreservoir aufweisen, dessen Öl ebenso der Schmierung der dort angeordneten Lager dient, sowie
- gasgeschmierte Gleitringdichtungen, die ausschließlich zur druckseitigen Abdichtung zum Getrieberaum eingebaut werden. Sie benötigen eine kontinuierliche Versorgung mit Fremdgas, werden aber wegen der hohen Kosten

nur für spezielle Fördermedien oder bei besonderen Anforderungen an die Dichte zum Einsatz gebracht werden.

1.2 Wärmeverhalten und technische Hinweise

Ein wesentliches Merkmal der trocken laufenden Schraubenpumpen sind die bei der polytropen Verdichtung des Fördermediums entstehenden Gastemperaturen. Unter Vernachlässigung der Reibung (Lager, Dichtungen und Synchronisationsgetriebe) kann mit einer Bilanzierung der beim Betrieb einer Pumpe zu- und abgeführten Leistungen die Temperaturzunahme abgeschätzt werden:

$$P_{\text{Antr}} = \dot{Q}_{\text{Gas}} + \dot{Q}_{\text{FIK}} + \dot{Q}_{\text{LK}} \quad (1)$$

Dabei ist P_{Antr} die Antriebsleistung der Pumpe, \dot{Q}_{Gas} der dem Fördergas zugeführte Wärmestrom, \dot{Q}_{FIK} der durch die Kühlflüssigkeit abgeführte Wärmestrom und \dot{Q}_{LK} der durch Luftkühlung abgeführte Wärmestrom. Mit $\dot{Q}_{\text{Gas}} = \Delta T \dot{m} c_p$ erhält man die Temperaturerhöhung ΔT des Fördermediums mit dem Massenstrom \dot{m} und der Wärmekapazität c_p :

$$\Delta T = \frac{P_{\text{Antr}} - \dot{Q}_{\text{FIK}} - \dot{Q}_{\text{LK}}}{\dot{m} \cdot c_p} \quad (2)$$

Die wärmsten Bereiche in der Arbeitskammer einer konventionellen trocken laufenden Schrauben-Vakuumpumpe für Saugvermögen oberhalb von $500 \text{ m}^3/\text{h}$ ergeben Temperaturmaxima bis zu 500°C . Trotz der polytropen Verdichtung des Fördermediums lässt sich für die Betriebszustände, bei denen nur ein vergleichsweise geringer Anteil der Verdichtungswärme an die Umgebung abgeführt wird, der theoretische Zusammenhang für die Temperaturerhöhung infolge einer Druckänderung aufgrund bisher gewonnener Erfahrungen mit der Poisson-Gleichung (vgl. Gl. 8 in ► Abschn. 1.2 in Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“) für adiabatische Zustandsänderungen idealer Gase annähern:

$$T_2 = T_1 \cdot \left(\frac{p_2}{p_1} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}} \quad (3)$$

Die Temperaturerhöhung der Austrittstemperatur T_2 gegenüber der Eintrittstemperatur T_1 hängt vom Druckverhältnis zwischen Austrittsdruck p_2 und Ansaugdruck p_1 sowie vom Isentropenexponent κ des Fördermediums ab.

Beispielsweise ergibt sich theoretisch bei einer Gas-Eintrittstemperatur von 30°C , einem Ansaugdruck von 50 hPa , einem Austrittsdruck von 1013 hPa und einem Isentropenexponent κ von $1,4$ die Austrittstemperatur 443°C . Tatsächlich können ähnlich hohe Temperaturmaxima an einzelnen Bereichen direkt hinter der Arbeitskammer bei Pumpen mit großen Saugvermögen und reduzierten Kühlmaßnahmen gemessen werden.

Beim Betrieb einer Pumpe verringert sich die Austrittstemperatur T_2 mit zunehmendem Massenstrom \dot{m} des Fördermediums. Andererseits nimmt die zur Verdichtung benötigte Antriebsleistung bei höheren Ansaugdrücken zu. In Analogie zu der in ► Abschn. 2 in Kap. 12, „Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen und Grundlagen der Verdrängervakuumpumpen“ erläuterten Berechnung der Kompressionsleistung wird auch in trocken laufenden Schraubenpumpen bei niedrigen Ansaugdrücken näherungsweise keine Kompressionsarbeit mehr verrichtet. Die Antriebsleistung wird fast ausschließlich für die Reibungsverluste in den Lagern, den Dichtungen und dem Synchronisationsgetriebe benötigt. Die im Abgasstrom einer Pumpe messbaren Temperaturen beginnen bei „Nullförderung“ etwa mit Umgebungstemperatur, zeigen ein relatives Maximum zwischen 100 hPa und 400 hPa und fallen mit höherem Ansaugdruck infolge des ansteigenden Massenstroms \dot{m} wieder ab.

Mit zunehmendem Saugvermögen der Pumpe wird das Verhältnis der gekühlten Gehäuseoberfläche zum Saugvermögen geringer (vgl. ► Abschn. 3.1.3 im Kap. 12, „Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen und Grundlagen der Verdrängervakuumpumpen“). Wegen der für verschiedene Anwendungen eingeschränkten Anwendbarkeit der Gaskühlung durch Einleitung von Fremdgas oder auch durch Rückführung von gekühltem Abgas arbeiten moderne Schraubenpumpen für Saugvermögen ab etwa 160 m³/h auch mit direkter Flüssigkeitskühlung der Schraubenrotoren von innen. Mit diesem Verfahren wird die große Oberfläche der Schraubenrotoren zusätzlich zur Wärmeentnahme genutzt und die in der Pumpe auftretenden maximalen Oberflächen- und Gastemperaturen gesenkt.

Die Begrenzung der Abgastemperaturen mit sehr kaltem Kühlwasser und hohem Kühlwasserstrom hat ihre Grenzen bei Fördermedien mit dampfförmigen Anteilen, die an kalten Gehäuseoberflächen kondensieren und dort korrosive Kondensate bilden oder durch Kavitation die Dichtspalte und damit die Pumpe in kurzer Zeit vollständig zerstören können.

Schäden durch korrosive Flüssigkeiten werden zwar auch während des Betriebes, zumeist aber im Stillstand hervorgerufen. Bei Anwendungen, die korrosive Flüssigkeiten erwarten lassen, werden Schraubenpumpen daher direkt im Anschluss nach einem Betriebsvorgang, bei geschlossenem saugseitigem Absperrorgan, trocken gefahren. Üblicherweise werden dabei die Drehzahl abgesenkt und die erhöhten Temperaturen in der Arbeitskammer für den Trocknungsvorgang genutzt.

Anders als bei Flüssigkeitsringpumpen oder Drehschieberpumpen, die eine Mindestdrehzahl für die Ausbildung der Arbeitskammern benötigen, gibt es keine derartigen Einschränkungen für den Betrieb von Schraubenpumpen mit Drehzahlregelung. Für den praktischen Einsatz einer Drehzahlregelung ist zu beachten, dass ein Reduzieren der Drehzahl nicht nur ein Sinken des Förderstromes bewirkt, sondern auch das Endvakuum höhere Werte annimmt. Abb. 7 zeigt die Auswirkungen verschiedener Drehzahlen anhand einer konventionellen Schrauben-Vakuumpumpe.

Die Nutzung der Drehzahlregelung zur Einhaltung von Temperaturgrenzwerten, beispielsweise für die Förderung explosiver Gase und Dämpfe [6], mindert zumeist das Saugvermögen und begrenzt die Ansaugdrücke einer Pumpe. Auch die für explosive Fördermedien oft erforderlichen saug- und druckseitigen Flammendurchschlagsicherungen reduzieren die Ansaugdrücke und das Saugvermögen.

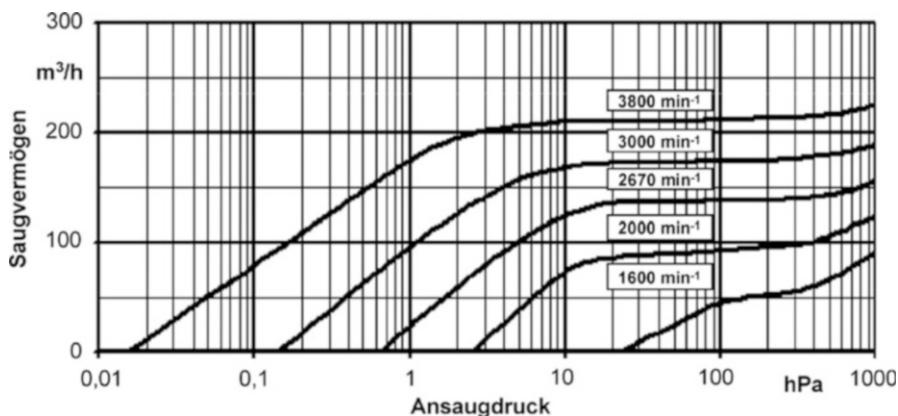


Abb. 7 Saugvermögenskurven einer Schrauben-Vakuumpumpe für verschiedene Antriebsdrehzahlen

2 Klauen- oder Drehzahnpumpen

Klauen- oder Drehzahnpumpen – benannt nach ihrer charakteristischen Rotorform – gehören zu den zweiwelligen Verdrängerpumpen und ähneln in ihrem prinzipiellen Aufbau den Wälzkolbenpumpen/Roots-Pumpen. Sie verdichten trocken, d. h. ohne Dichtflüssigkeiten wie Öl oder Wasser. Die Verdichtung erfolgt berührungslos, sowohl zwischen den Rotoren selbst als auch zwischen den Rotoren und den Stufenwänden. Die interne Abdichtung der Verdrängungskammern und die zwischen Saug- und Druckseite erfolgen über Dichtspalte. Im Gegensatz zu den Wälzkolbenpumpen (Abschn. 3) arbeiten die Klauenpumpen mit einer inneren Verdichtung. Dies bedeutet, dass vor dem Öffnen des Auslasses das Volumen der Verdrängungskammer verkleinert und das eingeschlossene Gas verdichtet wird, bevor es ausgestoßen wird. Dieser Vorgang wird durch die Rotorprofile selbst gesteuert, es werden keine Auslassventile benötigt.

Erstmals auf den Markt gebracht wurden Klauenpumpen von der Firma Northey [7]. Dieser mit zwei gleichen Rotoren, die je einen Drehzahn (Flügel) aufweisen, arbeitende Typ von Klauenpumpen wird daher häufig das Northey-Prinzip genannt. Er wird nach wie vor eingesetzt, hauptsächlich in zwei- oder mehrstufigen Vakuumpumpen.

Anfang der 70er-Jahre des 20. Jahrhunderts erscheinen in der Literatur Klauenpumpen, die zwei unterschiedliche Rotoren, Haupt- und Steuerrotor, aufweisen [8]. Durch ihre spezielle Rotorgeometrie vermeiden sie, dass ein Teil des verdichteten Gases nicht ausgestoßen wird – wie dies beim Northey-Typ der Fall ist. Bei diesen, im Weiteren auch „exakte“ Drehzahnprofile genannten Typen verkleinert sich die austretende Verdrängungskammer theoretisch auf das Volumen Null. Im Feld eingesetzt wurden die exakten Profile zuerst in ein- oder zweistufigen Kompressoren.

Im Gegensatz zum Northey-Typ sind bei den exakten Drehzahnprofilen auch mehrflügelige Rotorgeometrien möglich. Hauptsächlich eingesetzt werden die Profile mit einem oder zwei Zähnen je Rotor, da bei höheren Zahenzahlen der Wirkungsgrad sinkt.

2.1 Verdichtungsprinzip

2.1.1 Northeyp-Typ

Die Wirkungsweise von Klauenpumpen des Northeyp-Typs ist in Abb. 8 dargestellt. Ein- und Auslass-Schlitz sind in den Stirnwänden der Pumpstufe, also in axialer Richtung, angebracht. Die Rotoren drehen sich synchron gegenläufig und berührungslos. Das Abdichten zwischen den Rotoren und zu den Gehäusewänden in axialer und radialer Richtung geschieht über Spalte, deren Breite im kalten Zustand typischerweise etwa 1/10 mm beträgt. Die Einbuchtungen in den Rotoren verdecken je nach Stellung der Rotoren Ein- und Auslass oder geben sie frei und steuern damit Ansaugen, Verdichten und Ausstoßen. Die Drehzähne unterteilen den Pumpraum in Kammern, die durch Volumenvergrößerung oder -verkleinerung das Ansaugen des Gases bzw. das Verdichten und Ausstoßen bewirken.

Ein kompletter Pumpzyklus erstreckt sich über zwei Umdrehungen (Abb. 8). In Pos. 1 wird der Ansaugschlitz (1) gerade geöffnet, die Ansaugkammer vergrößert sich, wie in Pos. 2 dargestellt, bis in Pos. 3 das maximale Volumen erreicht ist und der Einlass wieder verschlossen wird. Die Rotoren durchkämmen sich, wie in Pos. 4 gezeigt. Zu diesem Zeitpunkt sind Ein- und Auslass geschlossen und zwischen den

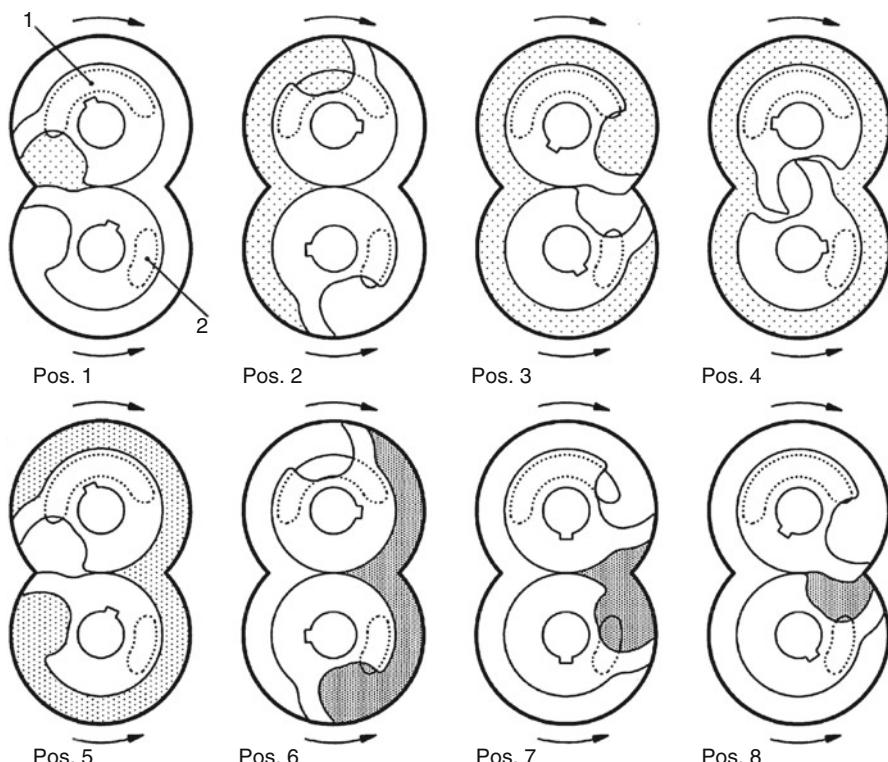


Abb. 8 Wirkungsweise einer Klauen- oder Drehzahnpumpe vom Northeyp-Typ

Rotoren gibt es keinen Dichtspalt, der gesamte Verdichtungsraum ist also mit dem angesaugten Gas gefüllt. Pos. 5 entspricht geometrisch Pos. 1, das in der vorhergehenden Umdrehung angesaugte Gas ist nun in der Verdichtungskammer eingeschlossen. Deren Volumen verkleinert sich und das Gas wird verdichtet (innere Verdichtung), bis in Pos. 6 der Auslass-Schlitz (2) geöffnet wird. Pos. 7 zeigt den Fortlauf des Ausstoßens, in Pos. 8 ist der Auslassvorgang beendet und der Auslass wird geschlossen. Die Rotoren durchkämmen sich und gehen wieder in Pos. 1.

In Pos. 7 ist zu erkennen, dass das verdichtete Gas nicht vollständig ausgestoßen wird, sondern ein als Tot- oder Schadraum bezeichnetes Volumen in der Pumpe verbleibt, das ca. 7 % des Pumpraumes ausmacht. Beim Durchkämmen der Rotoren entspannt sich das eingeschlossene – unter dem Auslass-/Atmosphärendruck stehende – Gas wieder. Im Gegensatz zu anderen Pumpen, bei denen der Totraum sich auf die Saugseite zurück entspannen kann und damit den erreichbaren Enddruck begrenzt, ist hier aber der Einlass verschlossen. Von daher erhöht das Entspannen des Totraumes nur etwas den Druck des angesaugten Gases im Gesamtraum, was zwar den Wirkungsgrad verschlechtert, aber nur indirekt den Enddruck beeinflusst. Allerdings hat in Pos. 1 der Ansaugraum, der in dieser Position ebenfalls etwa 7 % des Gesamtraumes einnimmt, einen höheren Druck als der Ansaugdruck, so dass ein Rückströmen auf die Saugseite stattfindet. Grob geschätzt sind dies 7 % von 7 % des Pumpvolumens, also ca. 0,5 %.

2.1.2 Exaktes Profil

Im Gegensatz zum Northeys-Profil wird bei den exakten Drehzahnprofilen das verdichtete Gas vollständig ausgestoßen, das Totraumvolumen ist theoretisch gleich Null. Darüber hinaus besteht immer ein Dichtspalt zwischen den Rotoren, auch beim Durchkämmen. Daher ist es möglich, wie in Abb. 9 dargestellt, auch einen radialen Einlass (6) vorzusehen und die Strömungsverluste beim Ansaugen zu verringern. Als am weitesten verbreiteter Vertreter ist ein zweiflügeliges Profil mit Hauptrotor (1) und Steuerrotor (2) dargestellt. Die Rotoren unterteilen den Pumpraum in vier Kammern:

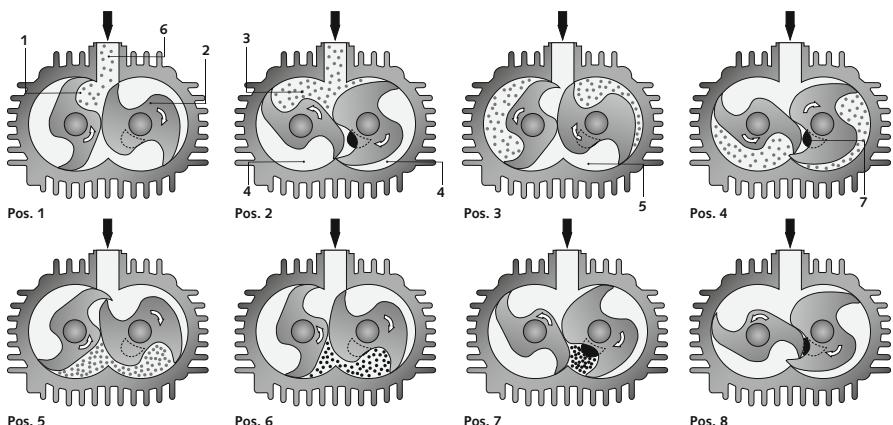


Abb. 9 Wirkungsweise einer Klauenpumpe mit exaktem Rotorprofil

die Ansaugkammer (3), zwei Transportkammern (4) und die Verdichtungskammer (5). Über den Steuerrotor wird der Auslass geöffnet und geschlossen.

In Pos. 1 (Abb. 9) beginnt das Ansaugen, die Ansaugkammer vergrößert sich (Pos. 2) bis in Pos. 3 erst der Hauptrotor und, etwas später, der Steuerrotor den Einlass von der Ansaugkammer abtrennen und diese in die zwei Transportkammern aufteilen. In den Transportkammern herrscht idealisierterweise der Ansaugdruck. Bei konstantem Volumen wird das eingeschlossene Gas nur verschoben, bis in Pos. 4 die beiden Transportkammern sich zur Verdichtungskammer vereinigen. Über Pos. 5 wird das Gas verdichtet, bis in Pos. 6 der Auslass (7) geöffnet wird und das Ausstoßen beginnt. Pos. 7 zeigt den Fortlauf des Ausstoßens und in Pos. 8 ist das Gas vollständig ausgestoßen, der Auslass wird geschlossen. Die Rotoren durchkämmen sich und kehren in die Ausgangsposition zurück.

Es ist zu erkennen, dass in Pos. 4 – und, beim nächsten Verdichtungsvorgang, in Pos. 8 – ein Teil des etwas vorverdichteten Gases im Raum zwischen den Drehzahnspitzen abgetrennt wird, der ca. 10 % des Kamervolumens ausmacht. Dieses Gas wird nicht ausgestoßen, sondern gelangt als Schadvolumen (schädliches Volumen) wieder auf die Saugseite. Da der Druck im Schadraum allerdings nicht auf Auslassdruck, sondern nur um ca. 16 % über dem Ansaugdruck lag, bewirkt dieser Vorgang eine Verringerung des effektiv geförderten Volumens um ca. 12 %. Da der Schadraum beim exakten Profil keine auslassseitige Luft zurückfordert, sondern nur ansaugseitige, wird zwar der Wirkungsgrad verschlechtert, jedoch der Enddruck nicht negativ beeinflusst. Bei mehrflügeligen Profilen wird die sinnvolle Zahl der Zähne – neben anderem – dadurch nach oben begrenzt, dass der Schadraum entsprechend häufiger pro Umdrehung auftritt.

2.1.3 Vergleich

Beim gezeigten exakten Profil verbleibt das angesaugte Gas etwa eine halbe Umdrehung in der Pumpstufe, bis es ausgestoßen wird, beim Northey-Profil dagegen zwei Umdrehungen. Beim exakten Profil treten daher weniger schädliche interne Rückströmungen durch die – gleich groß angenommenen – Spalte auf. Das verdichtete Gas wird beim exakten Profil – über die Rotoren geführt – bis Volumen Null „weich“ ausgestoßen, wohingegen beim Northey-Profil das abrupte Ende des – unvollständigen – Ausstoßens zu dynamischen Überverdichtungen führt [9]. Bei einstufigen Pumpen liegt daher die spezifische Leistung (Wellenleistung pro Volumenstrom) einer Klauenpumpe mit exaktem Profil ca. 30 % niedriger als beim Northey-Profil [10].

Da beim Northey-Profil zwischen den Rotoren auch während des Ausstoßvorganges ein Mindestvolumen verbleibt, ist es prinzipiell unempfindlicher gegen Flüssigkeits- oder Feststoffmitförderung als ein exaktes Drehzahnprofil. Daher wird es trotz des energetischen Nachteils in diesbezüglich kritischen Anwendungen weiterhin eingesetzt.

2.2 Vergleich mit Wälzkolbenpumpen

Der konstruktive Aufbau einer Klauenpumpe ist dem einer Wälzkolben/Roots-Pumpe (Abschn. 3) sehr ähnlich. Hauptunterschied im Verdichtungsablauf der

beiden Wirkprinzipien ist, dass Klauenpumpen mit innerer Verdichtung arbeiten. Um das Gas intern verdichten zu können, bevor es ausgestoßen wird, muss der Auslass zeitweise geschlossen sein. Daher ist dieser in den Seitenwänden axial angeordnet und wird durch die Einnehmung im Steuerrotor geöffnet und geschlossen (siehe z. B. Abb. 9). Der Gasweg durch eine Wälzkolbenpumpe (siehe Abschn. 3) ist im Vergleich deutlich strömungsgünstiger.

Der Grad der inneren Verdichtung wird durch den Öffnungswinkel des Auslasses bestimmt, ein Verlängern des Auslasses entgegen der Drehrichtung senkt z. B. die innere Verdichtung. Für einstufige Klauenpumpen wird üblicherweise ein inneres Verdichtungsverhältnis im Bereich 1 : 1,4 bis 1 : 2 gewählt.

Typische Werte für das relative Saugvermögen und die spezifische Leistung in Abhängigkeit vom Ansaugdruck einer zweiflügeligen Klauenpumpe und einer dreiflügeligen, gegen Atmosphärendruck arbeitenden (also nicht als Vor- oder Booster-Pumpe gebauten) Wälzkolbenpumpe mit einem Nennsaugvermögen von jeweils etwa 250 m³/h sind in Abb. 10 dargestellt. Der Druckbereich der Wälzkolbenpumpe ist auf ca. 400 hPa begrenzt, darunter würde sie überhitzen. Die Saugvermögenskurve der Klauenpumpe verläuft flacher, aufgrund der inneren Verdichtung ist ein tieferes Vakuum möglich. Energetisch ist die Wälzkolbenpumpe bei kleinen Druckdifferenzen deutlich günstiger. Bei Ansaugdrücken über 500 bis 600 hPa kommt es aufgrund der inneren Verdichtung in der Klauenpumpe zu einer ungünstigen Überverdichtung. Bei großen Druckdifferenzen zeigt dann die Klauenpumpe eine niedrigere spezifische Leistungsaufnahme, wie es aufgrund der pV -Diagramme mit/ohne innerer Verdichtung zu erwarten ist. Insgesamt sind Klauenpumpen in einem weiten Bereich des Grobvakuums das energetisch günstigste Wirkprinzip.

2.3 Mehrstufige Klauenpumpen und Pumpkombinationen

Mit einer einstufigen Klauenpumpe (Abb. 11) ist ein Enddruck von 30 bis 50 hPa zu erreichen. Ist für die Anwendung ein tieferer Arbeitsdruck notwendig, kommen zwei- oder mehrstufige Pumpen zum Einsatz. Am Markt sind bis zu sieben Stufen in einer Pumpe zu finden, teilweise als Kombination von Klauen- und Wälzkolbenstufen [11]. Eine Sonderstellung nimmt eine als zweiflutig zu bezeichnende Variante ein, die aus einer Vakuumstufe und einer unabhängigen Druckstufe besteht [12].

Zusätzlich zur inneren Verdichtung der einzelnen Stufen ist bei mehrstufigen Pumpen die Abstufung, d. h. das Größenverhältnis der einzelnen Stufen zueinander, ein Parameter, um die Pumpe an den Einsatzbereich anzupassen. Wenn beispielsweise bei einer zweistufigen Pumpe die Niederdruckstufe größer als die Hochdruckstufe ausgeführt wird, sinkt die Leistungsaufnahme bei niedrigen Ansaugdrücken. Bei hohen Ansaugdrücken kommt es dann jedoch zur Überverdichtung zwischen den Stufen. Daher ist es bei der Auslegung wichtig, die Details der Anwendung zu kennen.

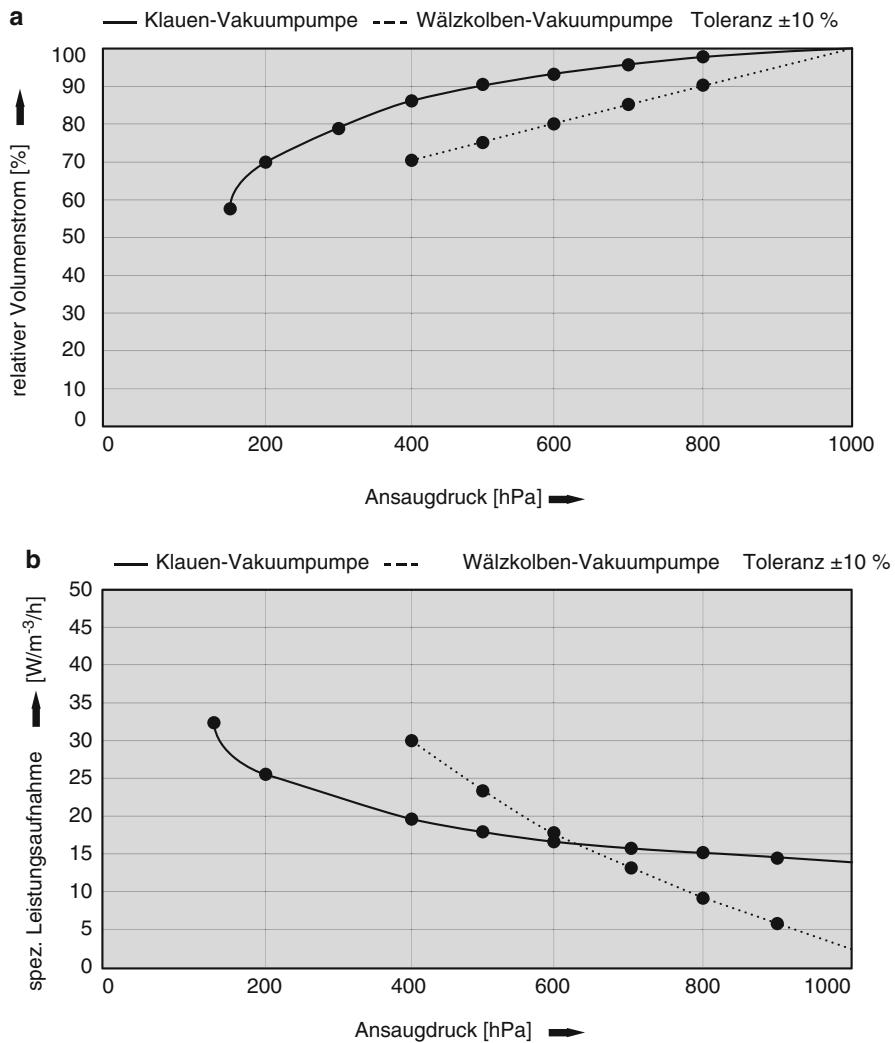


Abb. 10 a Relatives Saugvermögen einer Klauenpumpe und einer Wälzkolben-/Roots-Pumpe.
b Spezifische Leistung einer Klauenpumpe und einer Roots-Pumpe

2.4 Drehzahlregelung

Im Gegensatz zu den Drehschieberpumpen und den Flüssigkeitsringpumpen ist die Zentrifugalkraft bei Klauenpumpen kein Teil des Wirkprinzips. Daher bietet es sich an, Klauenpumpen bei unterschiedlichen Drehzahlen zu betreiben und somit an die Erfordernisse unterschiedlicher Anwendungen anzupassen. Naheliegend ist, eine Pumpe wahlweise mit zweipoligen (3000 U/min) oder vierpoligen (1500 U/min) Drehstromasynchronmotoren auszurüsten. Um ein übermäßiges

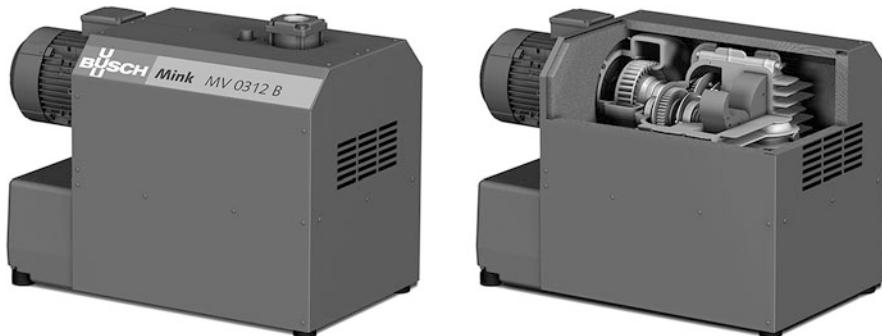


Abb. 11 Einstufige Klauenpumpe, rechts aufgeschnitten

Abfallen der Kennlinien bei der niedrigeren Drehzahl zu verhindern, müssen allerdings die Dichtspalte mit hoher Fertigungsgenauigkeit bearbeitet werden.

Bei sich zeitlich ändernden Saugvermögensanforderungen werden Klauenpumpen im drehzahlgeregelten Betrieb eingesetzt, üblicherweise durch Ansteuerung des Drehstromasynchronmotors mit einem Frequenzumrichter. Dabei kann der Drehzahlbereich von ca. 1000 U/min bis 4500 U/min abgedeckt werden, wobei die untere Grenze durch die Kühlung des Motors, die obere Grenze durch die thermische Belastbarkeit der Pumpe gegeben ist.

2.5 Anwendungsbereiche

Einstufige Klauenpumpen werden hauptsächlich in der pneumatischen Förderung, in der Druckindustrie, in der Holzbearbeitung, für Vakuumkanalisation und für Zentralvakuumanlagen in Krankenhäusern eingesetzt.

Auf Grund ihres niedrigen Energieverbrauchs, der Robustheit und der niedrigen Betriebskosten sind sie in vielen Anwendungen zum Stand der Technik in der Vakuumversorgung geworden.

Zweistufige Klauenpumpen werden gewählt, wenn Arbeitsdrücke unter 100 mbar gefordert sind.

Mehrstufige Klauenpumpen kommen in der Halbleiterindustrie und in chemischen/pharmazeutischen Prozessen zur Anwendung.

3 Wälzkolbenpumpen (Roots-Pumpen)

Wälzkolbenpumpen beruhen auf einer Erfindung des Engländer *Isaiah Davies* im Jahre 1848, ihr Konstruktionsprinzip wurde etwa 20 Jahre später von den Amerikanern *Francis M.* und *Philander H. Roots* übernommen und als „Rootsgebläse“ bekannt. Seit dieser Zeit werden die Roots-Pumpen in der Technik (vornehmlich als Ladegebläse mit einem Verdichtungsverhältnis 1,5–2) und in Umkehrung des Antriebs als Gaszähler

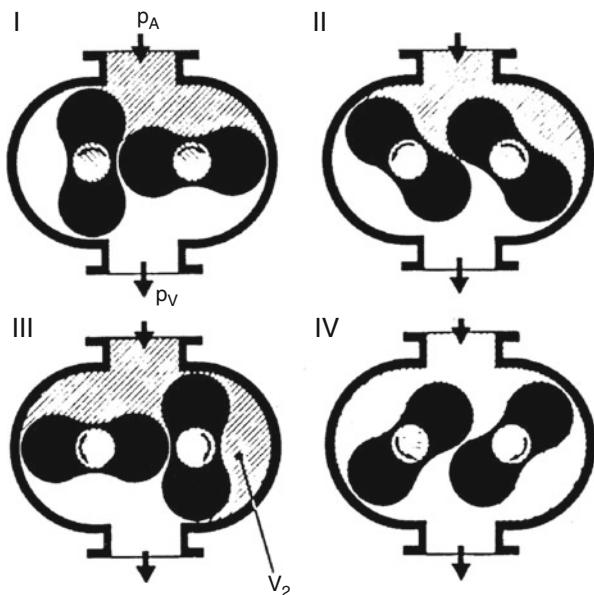
(Volumenmessung) verwendet. Lässt man ein Rootsgebläse als „Roots-Pumpe“ gegen Atmosphärendruck laufen, so erreicht man nur einen Enddruck von etwa 15 kPa. Erst etwa 1954 wurde die Roots-Pumpe für die Vakuumtechnik wiederentdeckt [13].

3.1 Wirkungsweise

In der Vakuumtechnik werden Wälzkolbenpumpen mit zweizähnigen Drehkolben verwendet. Die grundsätzliche Wirkungsweise geht aus Abb. 12 hervor. Zwei achtförmige Kolben rotieren gegenläufig in einem Gehäuse. Die zwangsläufige Kuppelung über ein Zahnradpaar gleicher Zähnezahl bewirkt ein Aufeinanderabwickeln der Kolben ohne gegenseitige Berührung und ohne Berührung der Gehäusewand. Die dabei entstehenden Spalte der Kolben gegen die Gehäusewand und der Kolben untereinander werden so klein wie möglich gehalten und sind von der Größe der Pumpe, dem gewünschten hohen Wirkungsgrad und den geplanten Einsatzbedingungen abhängig. Die tatsächlich vorhandenen Spalte sind ein Kompromiss und liegen in der Größenordnung von 0,1 mm.

Zur vereinfachten Darstellung der Wirkungsweise werde in Abb. 12 nur die rechte Pumpenseite betrachtet. Bei Kolbenstellung I und II wird das dem Rezipienten zugewandte Volumen der Pumpe vergrößert. Bei der Kolbenstellung III ist der sichelförmige Raum V_2 von der Saugseite abgeschlossen. Bei weiterer Drehung öffnet sich der Raum zur Druckseite (Vorvakuumseite) und das unter dem Vorvakuumdruck p_V stehende Gas strömt in den vorher abgeschlossenen Raum ein (Kolbenstellung IV).

Abb. 12 Pumpphasen I bis IV einer Wälzkolbenpumpe. Rechter Kolben im Uhrzeigersinn drehend, linker Kolben gegen den Uhrzeigersinn



Das einströmende Gas verdichtet das dort vorhandene und wird zusammen mit der vorher von der Saugseite geförderten Gasmenge bei weiterer Kolbendrehung ausgestoßen. Das geförderte Gasvolumen ist somit, sofern man von den Verlusten absieht, das Volumen V_2 des sichelförmigen Raums der Stellung III. Da dieses Volumen bei jeder vollen Umdrehung zweimal entsteht und zwei Kolben vorhanden sind (am linken Pumpenteil entsteht V_2 pro Umdrehung auch zweimal), wird das Schöpfvolumen (entspricht dem Hubvolumen bei Kolbenpumpen) der Wälzkolbenpumpe

$$V_S = 4V_2 \quad (4)$$

Durch hohe Drehfrequenzen (z. B. $\nu = 3000 \text{ min}^{-1} = 50 \text{ Hz}$) erreicht man mit kleinen Pumpen ein hohes Saugvermögen $S_{th} = \nu V_S$. Dabei wird die mögliche Drehzahl durch den verwendeten Drehkolbenwerkstoff aufgrund der entstehenden Fliehkräfte begrenzt.

Die Pumpe läuft im Pumpenraum völlig trocken, lediglich die Lager und die Zahnräder werden zur Schmierung mit Öl versorgt. Zwischen dem Pumpenraum und den Lagerräumen befinden sich Kolbenringe, Labyrinth u. a. zur Abdichtung der Wellendurchführungen, die ein Eindringen von Öl in den trockenen Pumpraum weitgehend verhindern. Daher sind auch Absolutdrücke unter 0,1 Pa erreichbar. Als Dichtung zwischen Saugseite und Vorvakuumseite dienen lediglich die engen Spalte (dynamische Dichtung). Bedingt durch den Strömungswiderstand und die unterschiedliche Erwärmung von Kolben und Gehäuse durch die Kompression vor allem im Grob- und Feinvakumbereich kann die Pumpe nicht beliebig hohe Druckunterschiede erzeugen und daher nur bei Verwendung besonderer Maßnahmen (Rückkühlung, Druckstutzenkühlung) gegen Atmosphärendruck arbeiten. Sie benötigt normalerweise eine Vorpumpe zum Betrieb.

3.2 Technischer Aufbau

In Abb. 13 wird der vereinfachte Aufbau einer Wälzkolbenpumpe gezeigt. Die Achsen der beiden Drehkolben sind aus dem Pumpenraum herausgeführt und die Kolben sind durch ein außerhalb des eigentlichen Pumpenraums liegenden Zahnradpaar gleicher Zähnezahl miteinander gekoppelt. Aus dem Ölvorrat werden die Zahnräder und die Lager durch rotierende Scheiben (Spritzscheibenschmierung) mit Öl versorgt. Die Ölräume und der Pumpraum sind an den Wellendurchführungen durch Kolbenringe, Labyrinthdichtungen u. a. gegeneinander abgedichtet.

Da bei größeren Druckunterschieden zwischen Pumpraum und Ölraum durch die Abdichtung Öl in den Pumpraum gedrückt werden könnte, werden die Ölräume entweder mit der Saugseite oder der Vorvakuumseite der Wälzkolbenpumpe verbunden und damit die Abdichtung entlastet. Der gesamte Innenraum der Wälzkolbenpumpe ist sorgfältig gegen den Umgebungsdruck (normal Atmosphäre) abgedichtet. Leckraten kleiner als 0,1 Pa L/s werden ohne Probleme in der Serien-

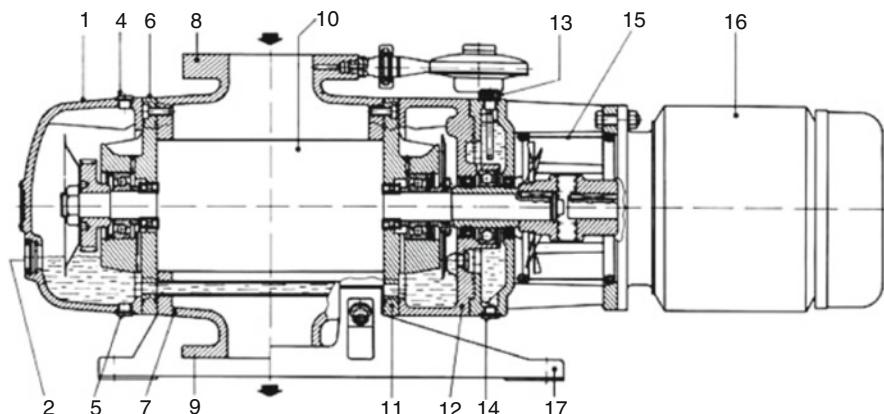


Abb. 13 Längsschnitt durch eine Wälzkolbenpumpe: 1 vordere Abschlussdeckel; 2 Ölstands-schauglas; 3 Öleinfüllschraube; 4 Ölabblassschraube; 5 räderseitiger Lagerflansch; 6 Pumpenge-häuse; 8 Ansaugflansch; 9 Ausgangsflansch (Anschlussflansch für Vorpumpe); 10 angetriebener Wälzkolben; 11 motorseitiger Lagerflansch; 12 Zwischenflansch; 13 Öl einfüllschraube mit Peilstab (Wellendurchführung); 14 Ölabblassschraube (Wellendurchführung); 15 Laterne mit Schutzkorb; 16 Antriebsmotor; 17 Fuß. *Horizontale Strichelung: Öl*

fertigung erreicht. Durch die Verwendung von Runddichtringen ist eine leichte Demontage bzw. Montage zur Reinigungs- bzw. notfalls zu Reparaturzwecken ge-währleistet.

Bei hohen Drehfrequenzen ist eine vakuumdichte Drehdurchführung, die auf der einen Seite vom Umgebungsdruck beaufschlagt wird, nicht problemlos und kann zu Störungen im Betrieb führen. Man führt sie als ölüberlagerte Kammern aus, wobei der Ölgehalt gleichzeitig zur Kühlung der verwendeten Wellendichtringe benutzt wird. Die verwendeten Wellendichtringe laufen dazu noch in die Welle ein, was beim (sicher einmal notwendigen) Ersetzen zumindest lästig ist. Deshalb verwendet man bei modernen Konstruktionen von Wälzkolbenpumpen für das Feinvakuumge-biet den Spaltrohrmotor, bei dem Ständerpaket und Läufer durch ein dünnes Rohr aus unmagnetischem Material, z. B.rostbeständigem austenitischem Stahl, vaku-umdicht voneinander getrennt sind (Abb. 14). Der Läufer ist also im Vakuum. Bei Pumpen, die auch im Grobvakuumgebiet arbeiten, also auch größere Druckdifferen-zien überwinden müssen, oder wenn Sondermotoren, z. B. mit Explosions-schutz oder Sonderspannungen und -frequenzen, verlangt werden, nimmt man die Nach-teile der Abdichtung mit Wellendichtring in Kauf und setzt den Motor außen als Flansch- oder Fußmotor über eine Kupplung an. Beim Auswechseln des Wellen-dichtrings wird auch eine über die Welle gezogene Buchse, die mit Runddichtringen gedichtet ist, abgezogen. Dadurch entfällt zum Teil die Schwierigkeit des in die Welle einlaufenden Simmerring.

Viele Pumpentypen sind für die Verwendung eines Druckschalters (meist Mem-brandruckschalter), der die Pumpen bei Erreichen des richtigen Ansaugdruckes automatisch einschaltet, vorbereitet.

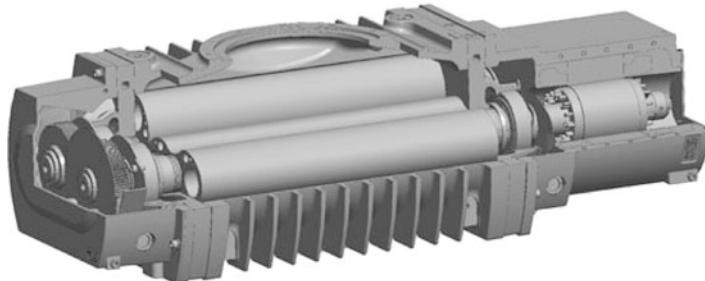


Abb. 14 Viertelschnitt durch die einstufige, hermetisch abgedichtete Wälzkolbenpumpe RUVAC WH 7000 der Firma Leybold. Einlassflansch 320 mm, Nennsaugvermögen 10.000 m³/h, Motor 11 kW, max. Drehzahl 4200 U/min. Mit freundlicher Genehmigung der Leybold GmbH

3.3 Theoretische Grundlagen

Die Kenntnis der theoretischen Grundlagen, die im Folgenden dargestellt werden, ist gerade bei Wälzkolbenpumpen von besonderer und praktischer Bedeutung, denn sie erlaubt die Berechnung der Saugvermögenskurven für eine Vielfalt von Pumpenkombinationen. Diese können sehr komplex sein und lassen eine experimentelle Simulation – schon wegen der Größe der Aggregate – in den meisten Fällen nicht zu [14, 15].

3.4 Der effektive Gasstrom

Eine Wälzkolbenpumpe fördert einen effektiven Gasstrom $q_{pV, \text{eff}}$, der sich aus dem theoretischen Gasstrom $q_{pV, \text{th}} = V_S \nu p_A$ ergibt, den eine verlustfreie Wälzkolbenpumpe fördern würde, vermindert um den Verlustgasstrom $q_{pV, \text{verl,sp}} = C(p_V - p_A)$, der durch Spalte (Leitwert C) und Verluste, die beim Übergang von Stellung II nach Stellung III (Abb. 12), kurz bevor die Stellung III erreicht ist, entstehen. Hier wird der zwickelförmige Raum zwischen den Kolben so schnell verkleinert, dass die Gasmoleküle nicht genügend Zeit haben, restlos zur Vorvakuumseite abzuströmen. Beim Weiterdrehen expandiert diese Restgasmenge höheren Drucks (höher als der Vorvakuumdruck p_V) wieder in den saugseitigen Raum niedrigeren Drucks. Eine weitere Rückströmung erfolgt dadurch, dass sich die Drehkolbenoberflächen, aber auch ihre Hohlräume, auf der Vorvakuumseite entsprechend den Gleichgewichtsbedingungen mit Gas beladen, das auf der Saugseite bei niedrigerem Druck wieder abgegeben wird; je niedriger die Drücke sind, bei denen die Wälzkolbenpumpe arbeitet, desto bestimmender werden die Erscheinungen der Adsorption und der Desorption. Diese Verluste seien mit $S_{\text{Rück}} p_V$ zusammengefasst. Für den effektiv geförderten Gasstrom erhält man dann:

$$q_{pV, \text{eff}} = p_A S = V_S \nu p_A - C(p_V - p_A) - S_{\text{Rück}} p_V \quad (5)$$

3.5 Kompressionsverhältnis K bei Nulldurchsatz bei Nulldurchsatz

Das Kompressionsverhältnis bei Nullförderung $q_{PV,\text{eff}} = 0$ wird gemessen, indem der Saugstutzen blind geflanscht wird. Aus Gl. 5 erhält man damit nach Umrechnung das Kompressionsverhältnis bei Nullförderung

$$\left(\frac{p_V}{p_A}\right)_0 = \frac{S_{\text{th}} + C}{S_{\text{Rück}} + C} = \frac{S_{\text{th}}}{S_{\text{Rück}} + C} + \frac{C}{C + S_{\text{Rück}}} = K_0 \quad (6)$$

Diese Größe ist ein Pumpenkennwert, der eine der wichtigsten Kenngrößen einer Wälzkolbenpumpe darstellt.

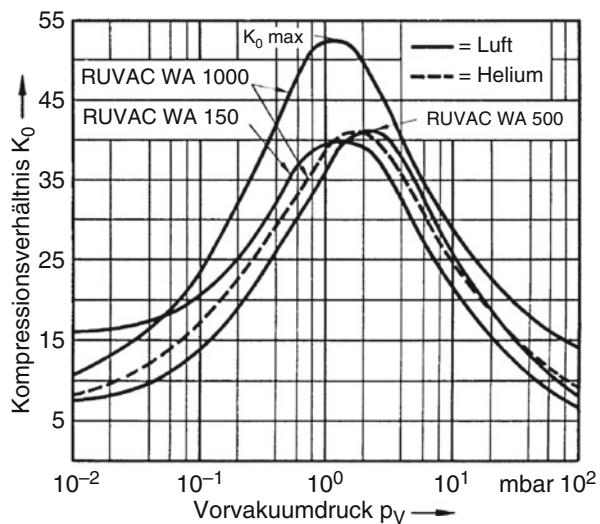
Einzelheiten zu Messaufbau und Durchführung der Messung von K_0 in Abhängigkeit vom Vorvakuumdruck p , sind in ISO 21360–1 und –2 und DIN 28426, Teil 2 enthalten.

In Abb. 15 sind Kurven des Kompressionsverhältnisses K_0 verschiedener Wälz-Kolbenpumpen angegeben. Da K_0 meist über dem Wert 10 liegt und der zweite Ausdruck in Gl. 6 kleiner als 1 ist, kann man näherungsweise schreiben:

$$K_0 = \frac{S_{\text{th}}}{S_{\text{Rück}} + C} \quad (7)$$

Im Gebiet hohen Drucks ($p_V > 1,5$ kPa) ist der Leitwert C der Spalte groß; dann kann man die schädliche Rückströmung $S_{\text{Rück}}$ gegen den Leitwert C vernachlässigen, so dass

Abb. 15 Gemessenes Kompressionsverhältnis bei Nullförderung K_0 in Abhängigkeit vom Vorvakuumdruck p_V (Druck am Pumpenausgang der Wälz-Kolbenpumpe) für verschiedene große Wälz-Kolbenpumpen



$$K_0 = \frac{S_{\text{th}}}{C} \quad \text{für } p_V > 1,5 \text{ kPa} \quad (8)$$

Für den Druckbereich $p_V < 10 \text{ Pa}$ hat man reine Molekularströmung. Dadurch wird der Leitwert klein im Vergleich zur schädlichen Rückströmung und daher

$$K_0 = \frac{S_{\text{th}}}{S_{\text{Rück}}} \quad \text{für } p_V < 10 \text{ Pa} \quad (9)$$

Der Leitwert wird mit größerem Druck im Bereich der viskosen Strömung größer. Damit fällt das Kompressionsverhältnis K_0 bei höheren Drücken ab. Nach niedrigen Drücken nimmt der Leitwert ab und wird schließlich im Bereich der Molekularströmung druckunabhängig und damit konstant. Gleichzeitig steigt aber die schädliche Rückströmung bei niedrigen Drücken, so dass das Kompressionsverhältnis K_0 auch bei niedrigen Drücken wieder absinkt. Wie Abb. 15 zu entnehmen ist, liegt das so verursachte Maximum $K_{0,\text{max}}$ des Kompressionsverhältnisses bei einem Vorvakuumdruck $p_V \approx 100 \text{ Pa}$ (1 mbar (hPa)). Mit zunehmender Pumpengröße steigt das theoretische Saugvermögen S_{th} schneller als der Leitwert C , wodurch auch das Kompressionsverhältnis K_0 größer wird (siehe Abb. 15).

Mit dem Enddruck $p_{V,\text{end}}$ der Vorpumpe und dem zugehörigen Kompressionsverhältnis $K_{0,\text{end}}$ kann der erreichbare Enddruck der Wälzkolbenpumpe (Kombination als Wälzkolbenpumpe und Vorpumpe) errechnet werden:

$$p_{A,\text{end}} = \frac{p_{V,\text{end}}}{K_{0,\text{end}}} \quad (10)$$

3.6 Effektives Kompressionsverhältnis und volumetrischer Wirkungsgrad [16]

Fördert eine Wälzkolbenpumpe (Saugvermögen S) mit Vorpumpe (Saugvermögen S_V) einen Gasstrom (aus dem Prozess oder von Lecks verursacht), so muss nach dem Kontinuitätsprinzip der geförderte pV -Gasstrom beider Pumpen gleich sein. Bei der Hintereinanderschaltung wird der Druck p_V auf der Auslassseite der Wälzkolbenpumpe gleich dem Ansaugdruck der Vorpumpe sein:

$$p_A S = p_V S_V \quad (11)$$

Als effektives (K_{eff}) und theoretisches (K_{th}) Kompressionsverhältnis sei nun definiert:

$$K_{\text{eff}} := \frac{p_V}{p_A} = \frac{S}{S_V}, \quad K_{\text{th}} := \frac{S_{\text{th}}}{S_V} \quad (12)$$

mit $S_{\text{th}} = \nu V_S$. Setzt man Gl. 11 in Gl. 5 für den effektiven pV -Gasstrom ein, so erhält man unter Berücksichtigung der Definitionen nach Gl. 12

$$\frac{1}{K_{\text{eff}}} = \frac{p_A}{p_V} = \frac{S_V}{S_{\text{th}} + C} + \frac{S_{\text{Rück}} + C}{S_{\text{th}} + C} \quad (13)$$

Da man im Allgemeinen den Leitwert C gegen das theoretische Saugvermögen S_{th} vernachlässigen kann, wird

$$1/K_{\text{eff}} = \frac{S_V}{S_{\text{th}}} + \frac{S_{\text{Rück}} + C}{S_{\text{th}}} = \frac{1}{K_{\text{th}}} + \frac{1}{K_0} \quad (14)$$

oder mit Gl. 12

$$\frac{K_{\text{eff}}}{K_{\text{th}}} = \frac{S}{S_{\text{th}}} =: \eta_V = \frac{K_0/K_{\text{th}}}{1 + K_0/K_{\text{th}}} \quad (15)$$

η_V heißt volumetrischer Wirkungsgrad. Dieser kann bestimmt werden, wenn das Saugvermögen der Vorpumpe $S_V = f(p_V)$, das theoretische Saugvermögen der Wälzkolbenpumpe S_{th} und das gemessene Kompressionsverhältnis K_0 der Wälz-Kolbenpumpe (siehe Abb. 15) bekannt sind.

Mit η_V lässt sich dann das Saugvermögen S der Wälz-Kolbenpumpen-Kombinationen (Wälz-Kolbenpumpe + Vorpumpe) gemäß

$$S = \eta_V S_{\text{th}} \quad (16)$$

bestimmen.

η_V ist in Abb. 16 mit der Abkürzung $\alpha = K_0/K_{\text{th}}$ grafisch dargestellt.

Gleichung Gl. 16 liefert zunächst das Saugvermögen S als Funktion des Vakuumdruckes p_V . Dieser hängt aber über die Kontinuitätsgleichung Gl. 11 mit dem Ansaugdruck p_A zusammen, so dass damit auch das Saugvermögen S als Funktion des Ansaugdruckes p_A gegeben ist (Saugvermögenskurve).

Wenn mehrstufige Kombinationen zu errechnen sind, geht man stufenweise vor, indem man die niedrigstufige Kombination als Vorpumpe für die nächste Wälz-Kolbenpumpe betrachtet.

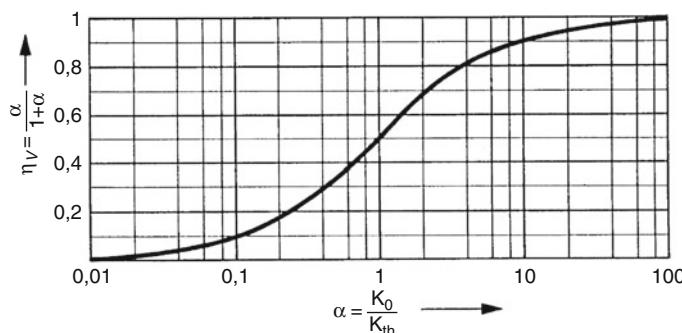


Abb. 16 Zur Bestimmung des volumetrischen Wirkungsgrades η_V von Wälz-Kolbenpumpen nach Gl. 15, $\alpha = K_0/K_{\text{th}}$

3.7 Abstufung des Saugvermögens Vorpumpe/Wälzkolbenpumpe

Die Abstufung des Saugvermögens von Wälzkolbenpumpe zu Vorpumpe wird in der Hauptsache durch zwei Gesichtspunkte bestimmt:

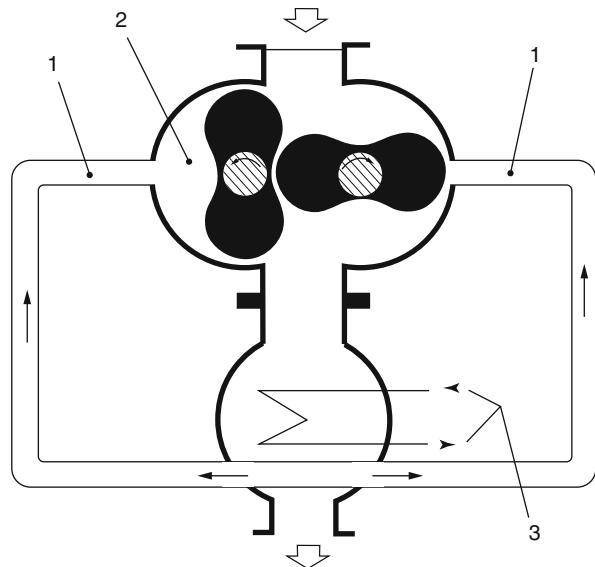
- Der volumetrische Wirkungsgrad η_V muss hoch sein.
- Die maximal zulässige Druckdifferenz $\Delta p_{\max} = p_V - p_A$ der Wälzkolbenpumpe darf nicht überschritten werden.

Wird der volumetrische Wirkungsgrad niedrig, so sinkt das effektive Saugvermögen der Wälzkolbenpumpe stark ab. Wenn die maximale Druckdifferenz überschritten wird, dann erwärmt sich die Pumpe durch die Kompressionsarbeit so stark, dass infolge der Wärmeausdehnung die Kolben festlaufen können, zumal da das der Umgebung ausgesetzte Pumpengehäuse relativ gut gekühlt ist und sich kaum ausdehnt [17].

Die maximal zulässige Druckdifferenz Δp_{\max} ist bei relativ kurzen Pumpen größer als bei langen. Sie liegt etwa zwischen 4 kPa und 10 kPa. Im höheren Druckgebiet (über 15 kPa) ist die zulässige Druckdifferenz wegen der durchgepumpten Masse und der damit verbundenen besseren Kühlung der Drehkolben etwas größer.

Durch Einsetzen spezieller Gaskühler am Vorvakuumstutzen (Abb. 17) gelingt es, die zulässige Druckdifferenz zu erhöhen, indem durch Rückführung gekühlten Gases die Erwärmung reduziert wird. Derartig ausgerüstete Wälzkolbenpumpen können einen hohen Schmutzanteil, z. B. bei der Stahlentgasung, bewältigen.

Abb. 17 Prinzip der Voreinlass-Gaskühlung bei Wälzkolbenpumpen:
1 Voreinlasskanal zur Aufnahme eines Teilstromes des abgepumpten Gasstromes,
2 Schöpfraum, 3 Gaskühler



Um die Pumpenabstufung entsprechend der obigen Bedingungen quantitativ zu untersuchen, bringt man die Kontinuitätsgleichung Gl. 11 in die Form

$$\frac{p_V}{p_A} = \frac{S}{S_V} \quad \text{oder} \quad \frac{p_V - p_A}{p_A} = \frac{S}{S_V} - 1 \quad (17)$$

Soll nun die Druckdifferenz $p_V - p_A$ an der Wälzkolbenpumpe kleiner als Δp_{\max} (die zulässige maximale Druckdifferenz) sein, so muss gelten:

$$\frac{S}{S_V} \leq \frac{\Delta p_{\max}}{p_A} + 1 \quad (18)$$

Im Gebiet des Feinvakuums ($p_A < 100$ Pa) wird bei einer zulässigen maximalen Druckdifferenz Δp_{\max} von 5 kPa bei einem Ansaugdruck $p_A = 100$ Pa bzw. 10 Pa nach Gl. 18 $S/S_V = 51$ bzw. 501. Die Abstufung hängt also nicht von der maximal zulässigen Druckdifferenz ab. Es muss nur darauf geachtet werden, dass der volumetrische Wirkungsgrad gut ist. Liegt der Mittelwert des maximalen Kompressionsverhältnisses etwa um den Wert 30, erhält man beim theoretischen Kompressionsverhältnis K_{th} einen volumetrischen Wirkungsgrad $\eta_V = 0,75$. Dieser Wert ist ausreichend hoch und als Faustregel kann gelten:

Im Gebiet des Fein- und Hochvakuums sollte die Abstufung des Saugvermögens von Vorpumpe S_V zu S Wälzkolbenpumpe $S_V/S = 1/10$ betragen.

Zu beachten ist, dass diese Betrachtung für den stationären Zustand gilt. Bei stark wechselnden Arbeitsdrücken, oder wenn der Vorrakuumdruck so klein wird, dass das Kompressionsverhältnis K_0 klein wird, sollte die Abstufung kleiner gewählt werden (z. B. 1/5).

Im Gebiet des Grobvakuums ($p_A > 100$ Pa) wird die maximal zulässige Druckdifferenz bestimmt. So ist bei einer zulässigen maximalen Druckdifferenz Δp_{\max} von 5 kPa bei einem Ansaugdruck $p_A = 1$ kPa bzw. 5 kPa nach Gl. 18 $S/S_V = 6$ bzw. 2.

Dies bedeutet, dass das Abstufungsverhältnis von Wälzkolbenpumpe zur Vorpumpe entsprechend der zulässigen maximalen Druckdifferenz bei diesen Ansaugdrücken nur 6 : 1 bzw. 2 : 1 sein darf.

Am besten sind die Verhältnisse zu übersehen, wenn man die *Saugleistung* der Wälzkolbenpumpe und der Vorpumpe über dem Ansaugdruck p_A aufträgt. In Abb. 18 ist der durch die Pumpen fließende pV -Gasstrom in Abhängigkeit von p_A für verschiedene Abstufungen ($K_{th} = 2, 4$ und 8) des Saugvermögens einer Wälzkolbenpumpe zu einer Vorpumpe mit einem festen, druckunabhängigen Saugvermögen $S_V = 250$ m³/h (69 L/s) aufgetragen. Zusätzlich wurden zwei maximal zulässige Druckdifferenzen von 5 kPa und 8 kPa berücksichtigt.

Aus dem Diagramm sind die Einschaltdrücke für die drei Wälzkolbenpumpen bei einer maximal zulässigen Druckdifferenz von 8 kPa die Punkte 1, 2, 3 und für 5 kPa die Punkte 4, 5, 6. Dies ist eine pessimistische Abschätzung, da die theoretischen und nicht die effektiven Saugleistungen der Wälzkolbenpumpen benutzt werden. Im Allgemeinen liegen die Einschaltdrücke höher, ohne dass die Pumpen überlastet werden.

Man kann das Diagramm aber auch benutzen, um bei einem bekannten pV -Gasstrom die erreichbaren Drücke, den „Übergabedruck“ an die Vorpumpe und

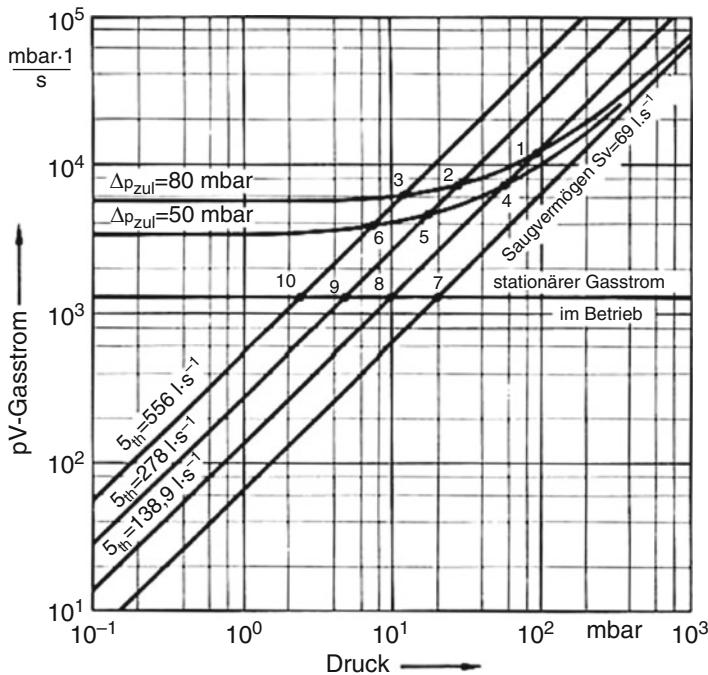


Abb. 18 Saugleistungs-Diagramm zur Bestimmung des Differenzdruckes Δp

die Druckdifferenzen zu ermitteln. In Abb. 18 ist dazu ein pV -Gasstrom $q_{PV} = 1,3 \cdot 10^{-3} \text{ mbar} \cdot \text{s}$ ($= 0,13 \text{ Pa L/s}$) eingetragen. Die Vorpumpe erreicht dabei einen Druck von $p_V = 1,9 \text{ kPa}$ (Punkt 7). Wird dann eine Wälzkolbenpumpe mit $1000^3/\text{h}$ (278 L/s) vorgeschaltet, so erreicht diese theoretisch einen Druck von $4,7 \text{ mbar}$ (hPa) (470 Pa) (Punkt 9); in Wirklichkeit wird es ein höherer Druck sein, da $S_{eff} < S_{th}$. Die Druckdifferenz beträgt $\Delta p_{max} = p_V - p_A = 19 \text{ mbar}$ (hPa) – $4,7 \text{ mbar}$ (hPa) = $14,3 \text{ mbar}$ (1,43 kPa).

Ist das Saugvermögen der Vorpumpe druckunabhängig, was z. B. bei ölgedichteten Verdrängerpumpen weitgehend der Fall ist (siehe ► Kap. 12, „Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen und Grundlagen der Verdrängervakuumpumpen“), so kann man die Pumpenabstufung bzw. den höchstzulässigen Ansaugdruck aus Abb. 19 entnehmen. Diese Abbildung, die nach Gl. 18 gezeichnet wurde, zeigt z. B., dass bei einem Abstufungsverhältnis $S/S_V = 10/1$ und $\Delta p_{max} = 6 \text{ kPa}$ (60 mbar) die Wälzkolbenpumpe mit einem Ansaugdruck $p_A = 0,66 \text{ kPa}$ (6,6 mbar) ständig betrieben werden kann.

3.8 Saugvermögen und Enddruck

Da die Wälzkolbenpumpen Verdrängerpumpen sind, sind das Saugvermögen und der Enddruck für alle Gase annähernd gleich. Als Ausnahme liegt das Saugvermögen bei

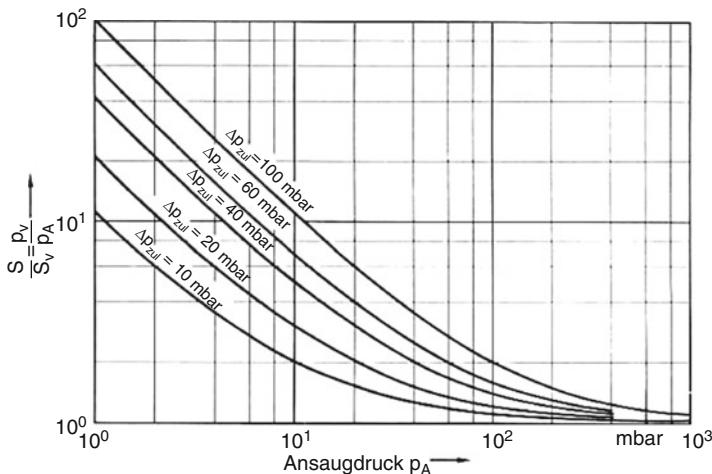


Abb. 19 Diagramm zur Bestimmung der Pumpenabstufung S (Wälzkolbenpumpe)/ S_V (Vorpumpe)

Gasen mit kleineren relativen Molekülmassen als Stickstoff, z. B. Wasserstoff und Helium, etwas niedriger, da die durch die Spalte bedingten Verluste etwas größer sind. Das macht sich auch in kleineren Kompressionswerten K_0 bemerkbar (siehe Abb. 15).

3.8.1 Saugvermögen und Enddruck mit ölgedichteten Vorpumpen

In Abb. 20 sind Kurven für das Saugvermögen von Wälzkolbenpumpen mit ölgedichteten Drehschieberpumpen aufgetragen. Das maximale Saugvermögen liegt etwa bei Ansaugdrücken p_A zwischen 10 Pa (0,1 mbar (hPa)) und 100 Pa (1 mbar (hPa)). Im eigentlichen Schöpfraum läuft die Wälzkolbenpumpe trocken, daher wird für die Kurve des Saugvermögens der Totaldruck gelten (bei den ölgedichteten Pumpen ist der Druck der Permanentgase für die Kurven maßgebend). Der erreichbare Endtotaldruck hängt von der gewählten Vorpumpe ab und liegt bei $p_A = 0,1$ Pa. Der erreichbare Endpartialdruck liegt niedriger.

3.8.2 Saugvermögen und Enddruck mit Flüssigkeitsringpumpen als Vorpumpen

Bei der Verwendung von Flüssigkeitsringpumpen richten sich Saugvermögen und Enddruck nach der verwendeten Flüssigkeit. Am häufigsten wird auch heute noch Wasser verwendet, so dass hier hauptsächlich Wasserringpumpen in Betracht kommen. Da der Enddruck einer Wasserringpumpe je nach Wassertemperatur in der Regel bei 2 kPa–3 kPa liegt, ist der erreichbare Enddruck nur um das Kompressionsverhältnis der Wälzkolbenpumpe geringer, er liegt etwa bei 100 Pa. Der Enddruck wird durch den Wasserdampf bestimmt, der von der Wasserringpumpe kommend durch die Wälzkolbenpumpe dringt. Bei höheren Drücken, d. h. bei größeren durchgesetzten Gasströmen, ist der Dampfdruck des Wassers an der Saugseite der Wälzkolbenpumpe

kleiner als dem Kompressionsverhältnis entspricht, da durch den durch die Pumpe gesaugten Gasstrom eine zusätzliche Sperre für den Wasserdampf entsteht.

3.8.3 Mehrstufige Pumpen

Heute können mehrere Wälzkolbenpaare hintereinander auf einer Achse angeordnet werden (Abb. 21). Der Auslass der einen Stufe wird schraubenartig zum Einlass der

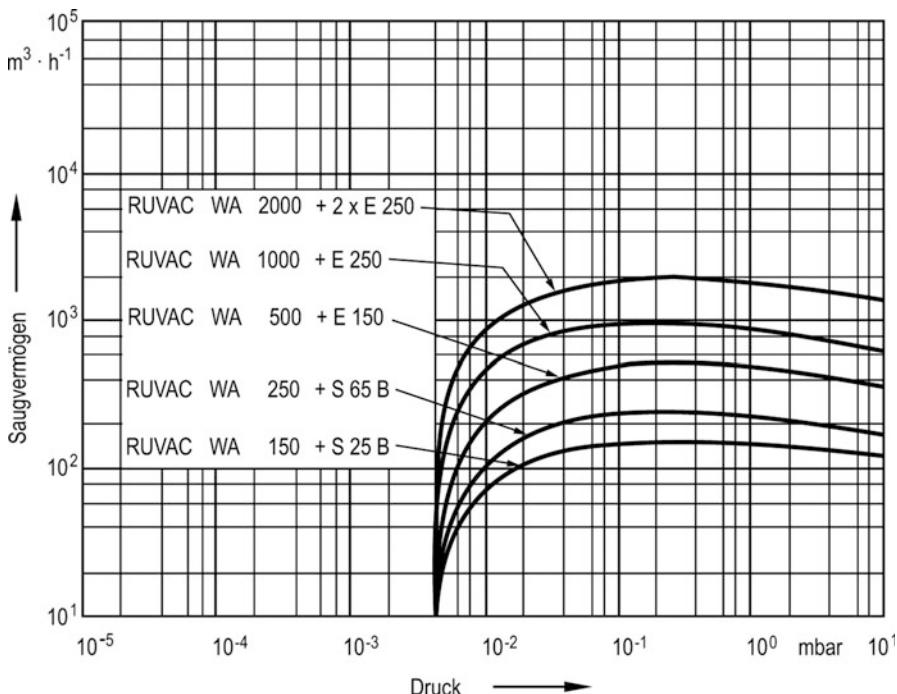
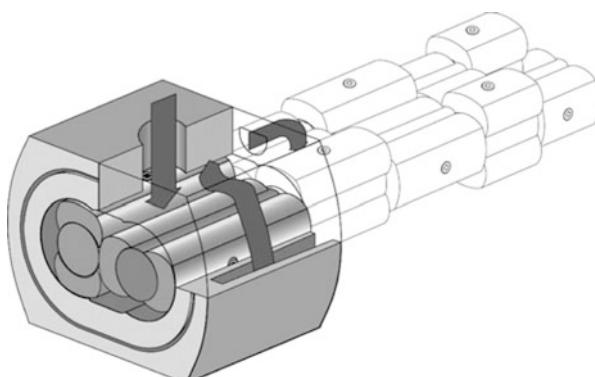


Abb. 20 Saugvermögenskurven von Wälzkolbenpumpen mit ölgedichteten Rotationsvakuum-pumpen als Vorpumpen

Abb. 21 Schema einer 5-stufigen Wälzkolbenpumpe, bei denen die Pumpstufen auf einer Achse angeordnet sind. Die breiten grauen Pfeile geben die Gasströmung an. Mit freundlicher Genehmigung der Pfeiffer Vacuum GmbH



nächsten Pumpe geführt. Durch das Multiplizieren der Kompressionswerte jeder Stufe kann dies sogar eine bei Atmosphärendruck akzeptable Kompression mit entsprechendem Saugvermögen ermöglichen und es kann unter Umständen auf eine zusätzliche Vorpumpe verzichtet werden.

Ist ein hohes Saugvermögen auch bei hohem Druck nötig, wird die (u. U. mehrstufige) Wälzkolbenpumpe mit einer geeigneten Vorpumpe in einem Pumpstand kombiniert. Verwendet werden meist Drehschieberpumpen, aber auch Schraubenpumpen [18].

3.9 Installation und Betriebshinweise

Die Installation erfolgt so, dass der Vorvakuumstutzen der Wälzkolbenpumpe mit dem Saugstutzen der Vorpumpe verbunden wird. Um die Wälzkolbenpumpe durch die bei hohen Drücken auftretenden großen Druckdifferenzen $p_V - p_A$ nicht zu überlasten, wird beim Herunterpumpen zunächst nur die Vorpumpe eingeschaltet. Die Drehkolben der Wälzkolbenpumpe drehen dann wie bei einem Gaszähler leer mit. Der in der Wälzkolbenpumpe auftretende Drosselleffekt ist relativ klein, er macht sich in einem Druckverlust zwischen 100 Pa und 500 Pa je nach Pumpentyp bemerkbar. Die Drosselung ist bei Drücken $p_A > 2 \text{ kPa}$ so klein, dass das Saugvermögen der Vorpumpe praktisch nicht beeinflusst wird. Die Wälzkolbenpumpe wird erst eingeschaltet, wenn ein so niedriger Druck erreicht ist, dass die nach dem Einschalten an der Wälzkolbenpumpe auftretende Druckdifferenz kleiner als die zulässige maximale Druckdifferenz Δp_{\max} ist. Je nach Abstufung der Pumpen ist dies bei Ansaugdrücken zwischen 1 kPa und 10 kPa der Fall.

Beim elektrischen Anschluss der Wälzkolbenpumpe ist auf den richtigen Drehsinn des Drehstrommotors zu achten. Bei montierter Pumpe muss der richtige Drehsinn über eine Druckkontrolle geprüft werden: Bei falschem Drehsinn steigt, bei richtigem Drehsinn fällt der Druck im Kessel nach dem Einschalten der Wälzkolbenpumpe. Kurzer Lauf bei falscher Drehrichtung schadet der Wälzkolbenpumpe nicht.

Literatur

1. Rinder, L.: Schraubenverdichter. Springer, Wien/New York (1979)
2. Rinder, L., Grafinger, M.: Entwicklung, Beurteilung und Optimierung von Rotorprofilen mir der Profilstiegungsfunktion, Schraubenmaschinen. VDI-Berichte **1715**, 67 (2002), VDI-Verlag, Düsseldorf
3. Kauder, K., Wenderott, D.: Spaltproblematik in Schraubenspindel-Vakuumpumpen, Schraubenmaschinen. VDI-Berichte **1391**, 77 (1998), VDI-Verlag, Düsseldorf
4. Sachs, R.: Experimentelle Untersuchungen von Gasströmungen in Schraubenmaschinen. Dissertation, Dortmund (2002)
5. Wenderott, D.: Spaltströmungen im Vakuum. Dissertation, Dortmund (2001)
6. Friedrichsen, U.: Explosive Medien fördern. Chem. Anlagen Verfahren. **34**(3), 22 (2001)
7. Northey, A.J.: Patentschriften CAN 286 637 (1929) und CAN 353 007 (1935)
8. Arnegard, B., et al.: Patentschriften DE 20 29 831–833 (1970)

9. Kriehn, H., et al.: Patentschrift DE 196 29 174 (1996)
10. Dr.-Ing. K. Busch GmbH.: Produktbroschüren Mink 1080–1250 AV (Northey-Profil), Mink 1122–1502 BV (exaktes Profil)
11. Wycliffe, H.: Patentschrift DE 31 47 824 (1981)
12. Dr.-Ing. K. Busch GmbH.: Patentschrift DE 40 38 704 (1990)
13. Atta, C.M. van: Theory and performance characteristics of a positive displacement rotary compressor as a mechanical booster vacuum pump. *Trans. Nat. Sym. Vacuum Technology*. (1956)
14. Hamacher, H.: Beitrag zur Berechnung des Saugvermögens von Rootspumpen. *Vakuum-Technik* **19**, 215–221 (1970)
15. Hamacher, H.: Kennfeld-Berechnung für Rootspumpen. DLR FB 69–88 (1969)
16. Lorenz, A., IV. Armbruster: Das maximale Kompressionsverhältnis und der volumetrische Wirkungsgrad von Vakuumpumpen nach dem Rootsprinzip. *Vakuumtechnik* **7**, 81–85 (1958)
17. Bormuth, P.: Ermittlung der Temperaturerhöhung in Roots-Gebläsen. *Konstruktion* **13**, 21–23 (1961)
18. Janicki, M., Schiller, D.: Abpumpverhalten von Roots- und Schraubenvakuumpumpen. *Vak. Forsch. Prax* **23**(4), 6–11 (2011)

Weiterführende Literatur zu Verdrängerpumpen

- Bartels, D.: Vakuumpumpen in der chemischen Industrie. Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen/A. *VakuumTechnik* **29**(5), 131–140 (1980)
- DIN 28400.: Benennungen und Definitionen. Blatt 1: Grundbegriffe, Einheiten, Vakumbereiche, Kenngrößen, Grundlagen, Blatt 2: Vakuumpumpen, -zubehör, -anordnung und -betrieb. Beuth Verlag GmbH, Berlin
- Jorisch, W.: Vakuumtechnik in der Chemischen Industrie, S. 82–88. Wiley-VCH, Weinheim (1999)
- Knobloch, D.: Verdrängerpumpen I. VDI-Bildungswerk, Handbuch Vakuumtechnik BW41-01-36, Stuttgart (1984)
- Knobloch, D.: Wirkungsweise und Eigenschaften von Verdrängerpumpen – Verschiedene Bauarten für eine Aufgabe. *Technische Rundschau* **36**, 148–156 (1989)



Betrieb von Verdängerpumpen

16

Karl Jousten und Uwe Friedrichsen

Zusammenfassung

Das dichtende Öl spielt eine wesentliche Rolle beim Betrieb ölgedichteter Verdängerpumpen. Es bestimmt den erreichbaren Enddruck und die Lebensdauer der Pumpe. Regelmäßige Wartung der Pumpe und Ölwechsel sind erforderlich. Die Rückströmung von Öl in die Richtung der Vakuumkammer kann durch verschiedene konstruktive Maßnahmen und mit entsprechendem Zubehör verhindert werden. In explosionsgefährdeten Bereichen sind besondere Sicherheitshinweise zu beachten.

1 Spezifische Eigenschaften ölgedichteter Verdängerpumpen

1.1 Saugvermögen und erreichbarer Enddruck

Das Saugvermögen der Verdängerpumpen wird durch die Größe des Schöpfvolumens und durch die Drehzahl bestimmt. Bei höheren Drehzahlen können bei gleichen Abmessungen größere Saugvermögen bei geringeren Herstellungskosten erzielt werden. Die Drehzahlen sind jedoch durch mechanische und thermodynamische Einflüsse begrenzt. Bei den heutigen Verdängerpumpen reichen die Drehzahlen von 300 min^{-1} – 1500 min^{-1} , vereinzelt bis zu 3000 min^{-1} je nach Größe und Art der Pumpe.

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland
E-Mail: karl.jousten@ptb.de

U. Friedrichsen

Busch Produktions GmbH, Maulburg, Deutschland
E-Mail: uwe.friedrichsen@busch.de

Nach DIN 28426/Teil 1 (Abnahmeregeln für ölgedichtete Dreh- und Sperrschieberpumpen) ist der Enddruck einer Vakuumpumpe der niedrigste, asymptotisch erreichbare Druck, den die Pumpe in einem Messdom erzeugt. Dabei ist zwischen Endtotaldruck (mit Öldampfdruck) und Endpartialdruck zu unterscheiden.

1.1.1 Saugvermögen und Endpartialdruck

Befindet sich zwischen Druckmessgerät und Pumpe eine Kondensationsfläche mit genügend tiefer Temperatur (z. B. eine Flüssigstickstoff-Kühlfalle), so werden Öldämpfe, die aus der Pumpe bei Enddruckbetrieb zurückströmen, an der gekühlten Fläche kondensiert, gelangen auch nicht ins Messgerät und werden daher nicht mitgemessen. Den so gemessenen Druck nennt man Partialdruck, der als Summandruck nur von den Permanentgasen gebildet wird. Dieser Wert liegt gemäß den Abnahmeregeln nach PNEUROP bzw. DIN 28426 der Messung des Saugvermögens zugrunde.

Obwohl in der Praxis zwischen Pumpe und Messgerät bzw. zwischen Pumpe und Rezipient nur selten eine mit LN₂ gekühlte Kondensationsfläche verwendet wird, geben die so gewonnenen Kurven des Saugvermögens die Grenze dessen an, was man mit der Pumpe erreichen kann. Außerdem sind sie von der Dichtflüssigkeit weitgehend unabhängige Merkmale für die Güte der Pumpe.

Bei einstufigen Verdrängerpumpen ist das Saugvermögen (Abb. 1) von 100 kPa (1000 mbar) bis etwa 1 hPa (1 mbar) konstant. Bei niedrigeren Drücken fällt das Saugvermögen erst langsam, dann schneller ab, bis bei einigen Pa mit dem Saugvermögen Null der Enddruck erreicht ist. Wird in den Verdichtungsraum bei Betrieb mit Gasballast (siehe ► Abschn. 3.2 in Kap. 12, „Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen und Grundlagen der Verdrängervakuumpumpen“) zusätzlich Luft eingelassen, so liegt der Wert des erreichbaren Enddrucks um etwa eine Zehnerpotenz höher.

Der Abfall des Saugvermögens unterhalb 1 mbar (1 hPa) ist bei zweistufigen Pumpen weniger steil. Mit diesen Pumpen werden Enddrücke um 10^{-2} Pa erreicht. Je größer die Pumpen werden, umso niedrigere Enddrücke können im Allgemeinen erreicht werden, da das Verhältnis Dichtfläche zu Schöpfvolumen immer kleiner, somit günstiger wird. Bei Betrieb mit Gasballast werden Enddrücke um 1 Pa erreicht.

Für andere Gase und überhitzte Dämpfe (es darf keine Kondensation in der Pumpe auftreten) sind die Kurven für das Saugvermögen mit denen für Luft bzw. Stickstoff praktisch identisch, da die Pumpen als mechanische Schöpfpumpen wirken.

1.1.2 Enddruck und Ölauswahl

Der minimal erreichbare Endtotaldruck einer ölgedichteten Verdrängerpumpe (Partialdrücke + Öldampfdruck) ist vom Dampfdruck, der Temperatur und dem gelösten Gasgehalt des verwendeten Öls bzw. Dichtungsmittels abhängig. Die Temperatur ist durch die Betriebstemperatur der Pumpe bestimmt. Mit guten Mineralölen ohne Zusätze (eng geschnittene Fraktionen) kommt man nach längeren Pumpzeiten, wenn das Öl sich gut entgast bzw. gereinigt hat, bei einer zweistufigen Pumpe auf einen Endtotaldruck von etwa 0,5 Pa.

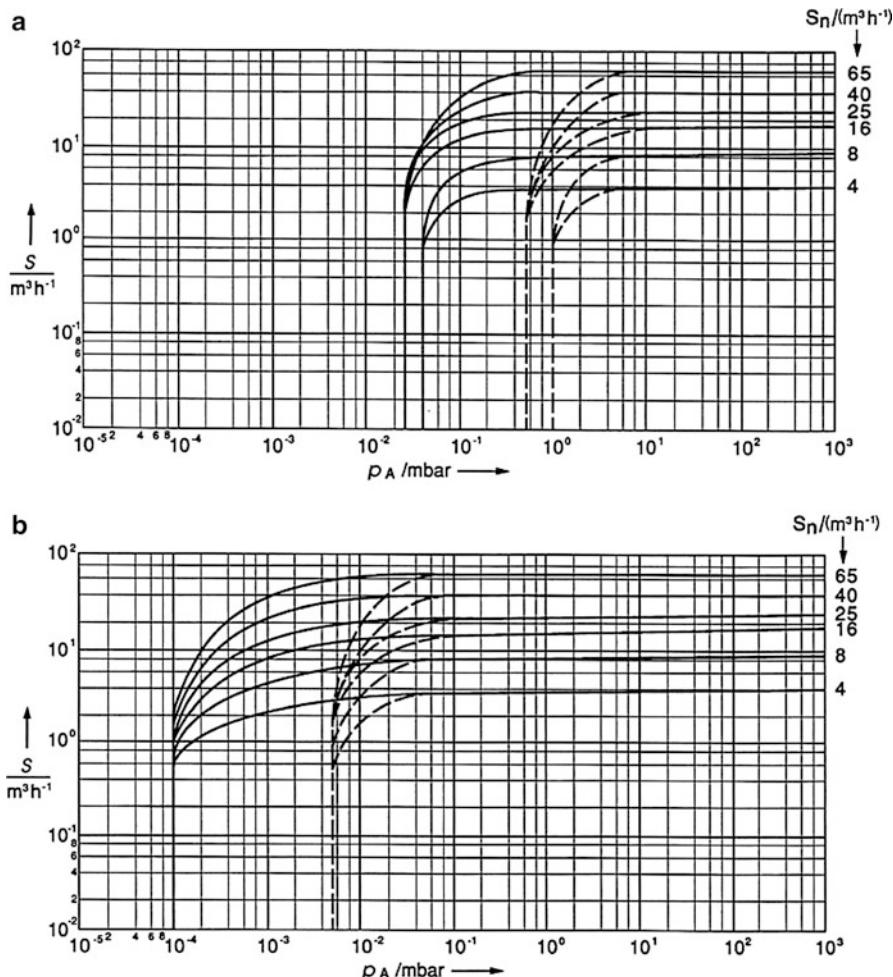
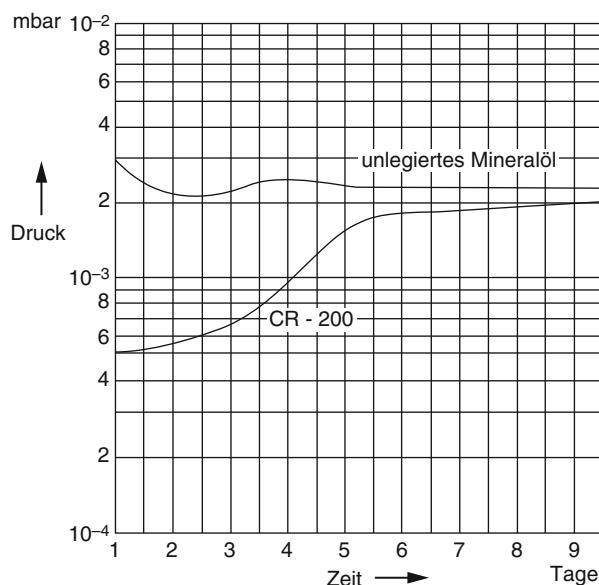


Abb. 1 Saugvermögen S in Abhängigkeit vom Ansaugdruck p_A und Werte des Nennsaugvermögens S_n (in m^3/h). **a** einstufige Drehschieberpumpen; **b** zweistufige Drehschieberpumpen. - - - bei Betrieb mit Gasballast (siehe ► Abschn. 3.2 in Kap. 12, „Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen und Grundlagen der Verdrängervakuumpumpen“)

Verwendet man ein schweres Silikonöl (z. B. CR 200, DC 705) oder ein Diffusionspumpenöl mit sehr geringem Dampfdruck, so wird zunächst ein Enddruck von 0,05 Pa erreicht. Nach einiger Zeit steigt der Endtotaldruck aber an und erreicht praktisch den gleichen Wert wie bei einem unlegierten Mineralöl (Abb. 2).

Man kann mit den meisten Diffusionspumpenölen – sie sind hauptsächlich auf niedrigen Dampfdruck gezüchtet – auf die Dauer keine ölgedichteten Pumpen betreiben, da die Schmiereigenschaften dieser Öle, insbesondere der Silikonöle, in der Regel so schlecht sind, dass schon nach kurzer Laufzeit starker Verschleiß auftreten würde.

Abb. 2 Druckverlauf am Ansaugstutzen einer zweistufigen Sperrschieberpumpe beim Betrieb mit Silikonöl CR-200 und einem unlegierten Mineralöl



Silikonöle bewirken im Gegensatz zu Mineralölen praktisch keinen Korrosionsschutz, so dass die blanken Eisenteile der Pumpe bei Sauerstoffzutritt (z. B. aus der umgebenden Luft) bald anrosten.

Verwendet man für die Verdrängerpumpen irgendein anderes legiertes Mineralöl, z. B. von der nächsten Tankstelle, so erreicht man in aller Regel mit einer zweistufigen Pumpe einen Enddruck von etwa 1 Pa. Dieser Unterschied zum eng geschnittenen unlegierten Mineralöl spielt in der Praxis häufig keine Rolle, so dass man sagen kann:

Fast jedes Mineralöl mit guten Schmiereigenschaften und mit geeigneter Viskosität (kinematische Viskosität bei 50 °C etwa $\nu = 60 \text{ cSt} = 60 \text{ mm}^2/\text{s}$) ist als Pumpenöl brauchbar. Unbrauchbar sind Mineralöle mit hohen Legierungszusätzen von hohen Dampfdrücken, mit großer Emulgierbarkeit, mit hoher Verseifung und leichter Oxydierbarkeit.

Für die Verdrängerpumpen wird normalerweise reines Mineralöl mit leichtem Korrosionsschutz, Antiemulsionszusätzen (nützlich beim Abpumpen von Dämpfen) und Oxidationsinhibitoren verwendet. Damit wird ein Enddruck von kleiner als 0,5 Pa mit zweistufigen Pumpen erreicht, sofern die Betriebstemperaturen nicht zu hoch werden.

Öle mit höherem Korrosionsschutz, sogenannte Korrosionsschutzöle, enthalten in der Regel alkalische Zusätze, die je nach Zusatz eine bestimmte Menge Säure neutralisieren können. Ihr Dampfdruck ist etwas höher als der normaler Mineralöle und sie sind meist hygroskopisch.

Wird frisches Öl in die Pumpe eingefüllt, so dauert es einige Zeit, bis das Öl genügend entgast ist und der erreichbare Enddruck auch tatsächlich erreicht wird. Wird entgastes Öl in der Pumpe verwendet, so wird zunächst ein kleinerer

Endtotaldruck erreicht. Erst wenn sich das Öl erwärmt hat (Abhängigkeit des Dampfdruckes von der Temperatur), was bei verschlossener Ansaugleitung (keine Kompressionsarbeit) lange dauert, wird der stationäre Enddruck erreicht (Abb. 3). Da bei einstufigen Pumpen die Ölentgasung in der Vorstufe fehlt, ist der Endtotaldruck etwa eine Zehnerpotenz höher als bei zweistufigen Pumpen.

Die Ansprüche an das Pumpenöl sind immer höher geworden. Die spezifischen Leistungen der Pumpen werden immer größer, die Gleitgeschwindigkeiten in Lagern, an den Schiebern u. a. immer höher, die chemischen und thermischen Anforderungen sind gestiegen. Oft sind diese Ansprüche mit normalen Mineralölen – ob legiert oder unlegiert – nicht mehr erfüllbar. Daher werden für spezielle Anwendungsfälle auch spezielle Schmier- und Dichtflüssigkeiten geeigneter Viskosität verwendet.

Schmierflüssigkeiten auf der Basis von Phosphorsäureestern sind z. B. dann zu empfehlen, wenn reiner Sauerstoff abgepumpt werden soll, da die Alterungsgeschwindigkeit von Mineralöl beim Abpumpen von reinem Sauerstoff erheblich steigt. Die Vakuum- und Schmiereigenschaften dieser Flüssigkeiten sind ähnlich denen von unlegierten Mineralölen.

Weiterhin sind verstärkt fluorierte Kohlenwasserstoffe zur Anwendung gekommen, besonders durch die Anforderungen der Urantrennanlagen. Diese fluorierten Kohlenwasserstoffe sind praktisch geruchlos, umbrennbar und nicht korrosiv. Sie finden inzwischen auch für andere Einsatzbereiche (Abpumpen von Sauerstoff, Wasserstoff u. a.) Verwendung. Ihre Schmiereigenschaften entsprechen etwa denen von unlegierten Mineralölen. Ihr relativ hoher Preis beschränkt den Einsatz.

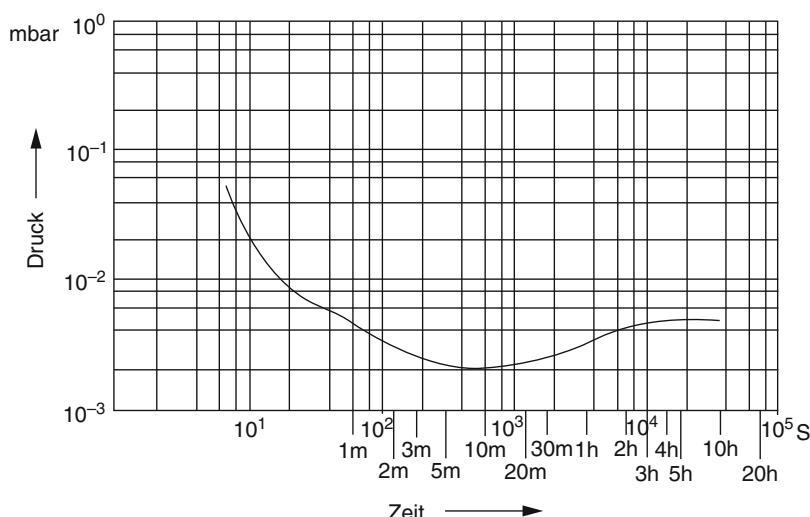


Abb. 3 Druckverlauf am (verschlossenen) Ansaugstutzen einer zweistufigen Sperrschieberpumpe beim Betrieb mit vorentgastem Öl und offenem Gasballastventil, m = Minute

Auch Silikonöle haben vereinzelt durch Inhibitoren bessere Schmiereigenschaften bekommen. Aber auch hier steht dem allgemeinen Einsatz der hohe Preis entgegen.

Das Pumpenöl ist ein wichtiges Konstruktionselement der Pumpen [1–3].

In diesem Zusammenhang sei darauf hingewiesen, dass in besonderen Anwendungen, die vor allem in der chemischen Industrie [5, 6] und in der Halbleitertechnik [7–9] anzutreffen sind, die Verwendung eines (oft teuren) Sonderöles keineswegs immer die beste technische Lösung darstellt. Vielmehr ist zusätzlich oft eine Modifikation der Standardausführung der Verdrängerpumpe erforderlich, die damit als „chemiefeste“ oder „korrosionsfeste“ Pumpe [10–13] zusammen mit geeigneten Zusatzelementen (z. B. chemischen und/oder mechanischen Filtern, Ölfilter- und Ölumlaufeinrichtungen u. a.) eingesetzt wird [14]. Zum Abpumpen brennbarer und explosiver Stoffe [15, 16] werden Standardpumpen mit einem druckfesten Gehäuse und Flammensperren am Ansaug- und Druckstutzen ausgerüstet (siehe Abschn. 2.4).

In diesen, aber auch in anderen Sonderfällen, z. B. dem Rückgewinnen teurer Pumpenöle [17], ist vielfach eine Rücksprache mit dem Pumpenhersteller ratsam.

1.2 Ölrückströmung

Beim Betrieb ölgedichteter Verdrängerpumpen strömt stets Öldampf gegen den Strom der gepumpten Gase und Dämpfe in den Ansaugstutzen der Pumpe und weiterhin in die Ansaugleitung und schließlich, wenn keine weitere Hochvakuum-pumpe dazwischen ist, in den Vakuumbehälter [18, 19]. Diese Öldampfrückströmung, auch kurz Ölrückströmung genannt, ist umso höher, je geringer der Gegen-gasstrom ist, also bei Betrieb der Verdrängerpumpe bei Enddruck am höchsten (Abb. 4). Der rückströmende Öldampf besteht überwiegend aus den leichten Frak-tionen des Pumpenöls [20].

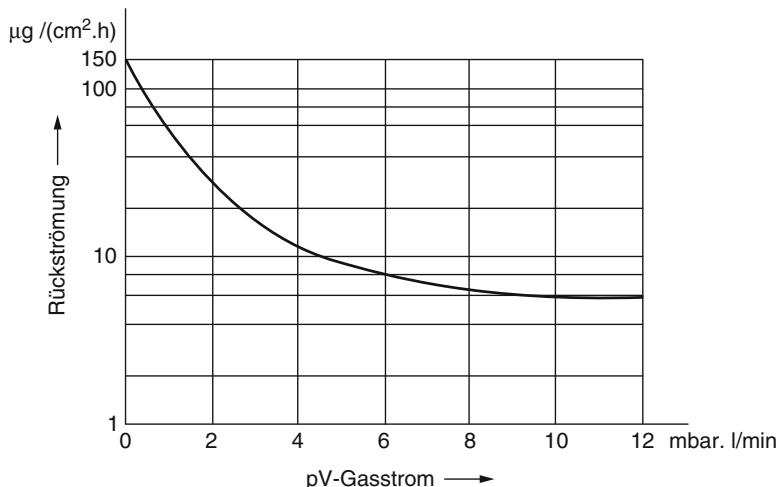


Abb. 4 Öldampfrückströmung als Funktion des abgepumpten Gasstromes [4]

Im Zusammenhang mit der Erzeugung kohlenwasserstofffreier Hoch- und Ultra-hochvakuua, z. B. mit Ionenerstäuber- oder Turbomolekularpumpen, ist jedoch ein möglichst ölfreies Vakuum auch auf der Vorvakuumseite dieser Pumpen erforderlich. Zur Vermeidung der Ölrückströmung haben sich einige Maßnahmen in der Praxis bewährt [4, 21]:

- a) Das Einbringen eines künstlichen Lecks in der Saugleitung, so dass ein Druck von 10 Pa nicht unterschritten wird, reduziert die Rückströmung um ca. 98 %. Das strömende Gas verhindert ein Rückdiffundieren und sorgt dafür, dass die leichten Fraktionen aus der Pumpe transportiert werden.
- b) Bei einstufigen Pumpen genügt es oft, das Gasballastventil zu öffnen.
- c) Der Einbau einer Feinvakuum-Sorptionsfalle (siehe Abschn. 3.1).
- d) Andere Maßnahmen zum Herabsetzen der Ölrückströmung sind die Verwendung besonderer, meist aber sehr teurer Pumpenöle oder der Einbau tiefgekühlter Dampfsperren. Diese setzen allerdings das Saugvermögen erheblich herab und haben sich aus diesem – aber auch aus anderen Gründen – in Kombination mit ölgedichteten Verdrängerpumpen nicht durchgesetzt.

2 Betriebs- und Sicherheitshinweise

2.1 Aufstellung

Verdrängerpumpen können mit Ausnahme großer Hubkolbenpumpen ohne Fundament aufgestellt werden, da ihre Laufruhe üblicherweise ausreicht. Eine Befestigung am Boden sollte jedoch vorgenommen werden. Da am Rezipienten oft auch kleinste Erschütterungen stören, wird häufig zwischen Pumpe und Rezipient ein Dämpfungsglied (z. B. ein Federungskörper) eingebaut, das diese Schwingungen aufnimmt.

Werden umweltschädliche Gase gepumpt, so wird die Pumpe an eine zentrale Auspuffleitung angeschlossen, die die entsprechenden Einrichtungen zur Reinigung hat. In die Auspuffleitung können auch Filter eingebaut werden, die aus dem Ölnebel, der von den Pumpen bei höheren Drücken ausgestoßen wird, das Öl abscheiden. Beim Anschluss an die Auspuffleitung sollte überprüft werden, ob die an der Pumpe auftretenden Schwingungen schädlich sind oder ob auch hier ein dämpfendes oder federndes Element zwischen Pumpe und Auspuffleitung eingebaut werden muss.

2.2 An- und Abstellen, Saugstutzenventile

Große Verdrängerpumpen sind mit Drehstrommotoren ausgerüstet, die kleinen Typen mit Wechselstrommotoren. Während bei diesen, die häufig gleich mit einem Ein-Aus-Schalter ausgerüstet sind, die Drehrichtung durch den Motor vorgegeben ist, muss bei den Pumpen mit Drehstrommotor der Drehsinn bei jedem Anschließen neu überprüft werden.

Bei falscher Drehrichtung würden diese Pumpen Pumpenöl in den Rezipienten fördern. Häufig sind diese Pumpen daher mit einer Rücklaufsperre versehen, die ein Drehen in falscher Richtung verhindert. Wird dann der Drehstrommotor der Pumpe falsch angeschlossen, so läuft die Pumpe nicht an. Infolgedessen würde sich der Motor unzulässig erwärmen; er wird daher durch einen Motorschutzschalter – meist als Überstrom-Auslöser (Bimetall) –, der immer vorgesehen werden sollte, geschützt. Bei den Wechselstrommotoren sind als Schutz Übertemperatursicherungen (Klixon) eingebaut.

Die Leistungsaufnahme der Motoren ist bei ölgedichteten Vakuumpumpen gänzlich anders als bei normalen Maschinen. Kurz nach dem Starten wird wegen der Verdichtungsarbeit bei hohen Drücken und der hohen Viskosität des kalten Pumpenöls viel Leistung verbraucht, während die warme Pumpe nahe dem Enddruck nur noch einen Bruchteil der anfänglichen Leistungsaufnahme zeigt (vgl. Abb. 6, ► Abschn. 3.1.4 in Kap. 12, „Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen und Grundlagen der Verdrängervakuumpumpen“). Darauf muss beim Einstellen des Motorschutzschalters geachtet werden. Wenn ein Schutz während des Enddruckbetriebes vorhanden sein soll, muss der Strom entsprechend niedrig eingestellt werden. Dann ist es jedoch nötig, während der Anlaufphase den Schutzschalter (eventuell mit einem Zeitrelais) zu überbrücken.

Die größte Leistungsaufnahme hat die Pumpe beim Anlaufen, wenn sich das kalte Öl im Schöpfraum und Verdichtungsraum befindet. Steht der Rezipient unter Vakuum, so wird der Anlauf zusätzlich erschwert, da im Augenblick des Einschaltens zwischen Schöpf- und Verdichtungsraum ein Druck von 1 bar (100 kPa) liegt.

Die Motoren der Pumpe sind normalerweise so ausgelegt, dass sie auch bei erschweren Anlaufbedingungen (Vakuum am Saugstutzen, alles Öl im Verdichtungs- bzw. Schöpfraum, geöffnetes Gasballastventil, kalte Pumpe) noch bei der nach VDE zulässigen 5 % Unterspannung anlaufen. Um die Motoren nicht zu groß wählen zu müssen, ist die niedrigste Anlauftemperatur in den PNEUROP-Abnahmeregeln [22] bzw. in DIN 28426 genormt.

„Die niedrigste Anlauftemperatur ist die mittlere Temperatur der Pumpe, bei der sie in saugseitig belüftetem Zustand mit dem vom Hersteller gelieferten oder empfohlenen Antriebsmotor nach mindestens einstündiger Betriebsunterbrechung noch einwandfrei anläuft. Wenn keine andere Temperatur vereinbart ist, so gilt 12 °C als niedrigste Anlauftemperatur.“

Während des Betriebes wird die Pumpe 70 °C–90 °C heiß, was keineswegs besorgniserregend, sondern für ein eventuelles Abpumpen von Dämpfen günstig ist. Die Begrenzung der Temperatur liegt im Allgemeinen nicht in der Pumpe, sondern im Pumpenöl begründet.

Wird die Pumpe abgeschaltet, wird sie, wenn nicht besondere Maßnahmen getroffen werden, unter dem Einfluss des äußeren Luftdruckes rückwärts drehen, das Öl aus der Pumpe wird in die Saugleitung gedrückt und der Rezipient wird belüftet. Bei den Pumpen mit Rücklaufsperre wird zwar nicht das Belüften, jedoch das Rückwärtsdrehen der Pumpe verhindert.

Das Belüften wird beseitigt, indem besondere Saugstutzenventile den Rezipienten abschließen (Abschn. 3.2.).

2.3 Auswahl der Pumpen und Arbeitshinweise

Einstufige ölgedichtete Pumpen sind im Grob- und am Anfang des Feinvakuums ideale Pumpen. Sie können sowohl mit als auch ohne Gasballast ohne nennenswerten Abfall des Saugvermögens betrieben werden. Der Grenzdruck für den Arbeitsbereich dieser Pumpen liegt bei etwa 10 Pa.

Soll dieser Druck betriebssicher unterschritten oder soll noch bei Drücken um und unter 100 Pa mit Gasballast gearbeitet werden, dann sind zweistufige Pumpen vorzuziehen. (Bei Drücken um 100 Pa bräuchte man natürlich nicht den vollen Gasballast. Das Schließen des Gasballastventils während des Abpumpens bedeutet aber eine Bedienungsschwierigkeit, so dass es in der Praxis unterbleibt.) Bei längerem Betrieb bei hohen Ansaugdrücken muss geprüft werden, ob die Schmierung der Pumpen, die häufig auf der Schwerkraft bzw. dem Druckunterschied zwischen Schöpfraum und Auspuff beruht, noch ausreicht. Notfalls ist eine sogenannte Saugstutzenschmierung durchzufahren.

Für rauen und schmutzigen Betrieb gibt es für die Pumpen verschiedene Hilfseinrichtungen (Abscheider, Filtereinrichtungen, Auspuff-Filter u. a., siehe Abschn. 3), die die Pumpen schützen.

Moderne öldichte Pumpen brauchen wenig Wartung. Aufmerksamkeit ist hauptsächlich der Menge und der Beschaffenheit des Öls zu schenken. Man prüfe deshalb wenigstens jede Woche den Ölstand der Pumpe. Der Ölstand muss bei laufender Pumpe im Enddruckbetrieb kontrolliert werden, da sich bei stehender Pumpe das Öl größtenteils im Schöpfraum befinden kann. Bei den Pumpen mit getrenntem Getriebe muss auch hin und wieder der Ölstand kontrolliert werden.

Wenn die Pumpe hauptsächlich bei hohem Ansaugdruck oder mit Gasballast betrieben wird, soll der Ölstand täglich kontrolliert werden, weil dann der Ölverlust besonders hoch ist. Für den Ölverlust gilt: Es gehen je m^3 ausgestoßener Luft vom Normdruck etwa 2 cm^3 – 3 cm^3 Öl verloren.

Beispiel 16.1

Eine Pumpe mit einem Nennsaugvermögen von $250 \text{ m}^3/\text{h}$, die beim Druck $p_A = 100 \text{ Pa}$ am Ansaugstutzen arbeitet, stösst etwa $250/1013 \text{ m}^3/\text{h} = 0,25 \text{ m}^3/\text{h}$ Luft vom Normdruck aus. Bei $p_A = 10 \text{ kPa}$ sind es bereits $25 \text{ m}^3/\text{h}$. Der Ölverbrauch ist dann bei $p_A = 100 \text{ Pa}$ etwa $0,5 \text{ cm}^3/\text{h}$ – $0,75 \text{ cm}^3/\text{h}$, bei $p_A = 10 \text{ kPa}$ etwa $50 \text{ cm}^3/\text{h}$ – $75 \text{ cm}^3/\text{h}$. Wird die Pumpe mit 10 % Gasballast betrieben, so werden zusätzlich $25 \text{ m}^3/\text{h}$ Gasballastluft vom Normdruck ausgestoßen. Der Ölverbrauch für den Gasballast beträgt also auch $50 \text{ cm}^3/\text{h}$ – $75 \text{ cm}^3/\text{h}$. Im 24-stündigen Betrieb mit $p_A = 100 \text{ Pa}$ Ansaugdruck und Gasballast verbraucht die Pumpe 1,25–2 Liter Öl.

Die Intervalle, nach denen das Öl gewechselt werden muss, hängen von der „Verschmutzung“ ab. Ein Ölwechsel wird immer dann vorgenommen werden, wenn entweder Zersetzungspprodukte im Öl den Enddruck der Pumpe nicht mehr erreichen lassen oder aber die Pumpe durch „Schmutz“ (mechanische Verunreinigungen) oder fehlende Schmierfähigkeit des Öls gefährdet ist. Im Allgemeinen ist es besser,

einmal zu viel als einmal zu wenig Öl zu wechseln. Bei sehr sauberem Enddruckbetrieb genügt in der Regel ein Ölwechsel jährlich.

Diese Aussagen bezüglich Öl, Ölstand und Ölwechsel gelten für mit Ölumlauf arbeitende Dreh- und Sperrschieberpumpen. Neuerdings werden diese Pumpen – allerdings nur in speziellen Fällen – mit der sogenannten *Frischölschmierung* betrieben [23, 24] (► Abschn. 2.4 in Kap. 14, „*Einwellige Rotationsverdrängerpumpen*“).

2.4 Sicherheitstechnische Hinweise

Der Betrieb von Vakuumpumpen zur bestimmungsgemäßen Verwendung in explosionsgefährdeten Bereichen, d. h. zur Aufstellung in explosionsgefährdeter Atmosphäre und/oder zum Fördern explosionsgefährdeter Gase, Dämpfe oder Stäube, unterliegt seit dem 26.02.2014 innerhalb der Europäischen Union (EU) der Richtlinie 2014/34/EU. Damit gilt über die bekannten nationalen Regelungen zum Explosionsschutz für elektrische Geräte hinaus auch für nichtelektrische Geräte eine gemeinsame Rechtsvorschrift zum Explosionsschutz für alle Mitgliedsstaaten. Die Ziele der neuen Richtlinie 2014/34/EU sind wie bei der früheren Richtlinie 95/9/EG (ATEX 95) der Abbau von Handelshemmnissen durch Harmonisierung der Rechtsvorschriften und die Einhaltung gemeinsamer Sicherheitsstandards. Die rechtsgültige nationale Umsetzung der Richtlinie 2014/34/EU wird nach dem sogenannten „New Legislative Framework“ ausgeführt. Daher sind in der Richtlinie die Mindestanforderungen für Geräte und Schutzsysteme zur bestimmungsgemäßen Verwendung in explosionsgefährdeten Bereichen festgelegt, nicht aber detaillierte Prüf- und/oder Rechtsvorschriften.

Die EU-Richtlinien teilen die Verantwortlichkeiten zwischen den Anlagenbetreibern und den Herstellern bzw. Lieferanten von Vakuumpumpen zum bestimmungsgemäßen Betrieb in explosionsgefährdeten Bereichen auf.

Die Richtlinie 1999/92/EG (ATEX 137) legt den Verantwortungsrahmen der Anlagenbetreiber fest. Durch sie werden die Mindestanforderungen zum Schutz der in potenziell explosionsgefährdeter Umgebung arbeitenden Menschen beschrieben. Von zentraler Bedeutung ist die vom Anlagenbetreiber auf der Basis einer Risikoanalyse festzulegende Zoneneinteilung [25]. Aus der Zoneneinteilung ergibt sich die erforderliche Gerätetypenklasse einer Vakuumpumpe. Beispielsweise ist für das Innere einer Trocknungsanlage Zone 0 (häufig explosionsfähige Atmosphäre) und für die direkte Umgebung der Trocknungsanlage Zone 1 (selten, aber auch bei Normalbetrieb explosionsfähige Atmosphäre) festgelegt worden. Damit ergibt sich die erforderliche Gerätetypenklasse 1 (innen) und Gerätetypenklasse 2 (außen) für die Vakuumpumpe.

Die oben beschriebene EU-Richtlinie 2014/34/EU legt die erforderliche Vorgehensweise fest, mit der Hersteller von Vakuumpumpen ihre Produkte zu prüfen und zu dokumentieren haben, um schließlich mit dem CE-Zeichen und einer Ex-Kennzeichnung den zugelassenen Anwendungsbereich auf der Pumpe eindeutig zu deklarieren [26].

Insbesondere trocken laufende Vakuumpumpen, wie z. B. Schrauben-Vakuumpumpen, Klauen-Vakuumpumpen oder Wälzkolben-Vakuumpumpen, müssen im

Inneren der Pumpe als potenzielle Zündquelle eingestuft werden. Bei allen im explosionsgefährdeten Grobvakuum arbeitenden trocken laufenden Vakuumpumpen ist ein Berühren der sich im Betrieb erwärmenden und ausdehnenden Rotoren mit gekühlten Gehäuseteilen nicht unwahrscheinlich. Daher sind für Kategorie-1-Geräte Flammendurchschlagsicherungen saug- und druckseitig zur Pumpe üblich. Durch diese Maßnahme wird das Ausbreiten einer Deflagration aus der Vakuumpumpe verhindert. Bei Kategorie-2-Geräten hingegen wird heute durch den Einsatz verschiedener elektronischer Überwachungssysteme auf Flammendurchschlagsicherungen ganz verzichtet. Derartige Sicherheitsmaßnahmen verhindern bereits die Entstehung einer Zündquelle.

Bereits im Rahmen der ersten experimentellen Prüfungen für die EG-Baumusterprüfung von Vakuumpumpen nach der früheren Richtlinie 94/9/EG wurde erkannt, dass die bis zu diesem Zeitpunkt üblicherweise eingesetzten Flammendurchschlagsicherungen, deren Funktionsprüfung in einem konventionellen Prüfstand (DIN EN 12874: 2001) ermittelt wurde, teilweise Flammendurchschlag zeigten. Offensichtlich waren die geänderten geometrischen und physikalischen Randbedingungen ursächlich. Aus diesem Grund wird heute im Rahmen jeder experimentellen EG-Baumusterprüfung in einer derartigen Vakuumpumpe mit montierten Flammendurchschlagsicherungen bei verschiedenen Betriebspunkten eine Explosion ausgelöst und geprüft, ob ein Flammendurchschlag auftrat.

Abb. 5 zeigt eine trocken laufende Schrauben-Vakuumpumpe vom Typ COBRA NC 200 B als Kategorie-2-Gerät gemäß Richtlinie 2014/34/EU ohne Flammendurchschlagsicherungen. Das Kühlwasser wird durch stirnseitig an der Schrauben-Vakuumpumpe

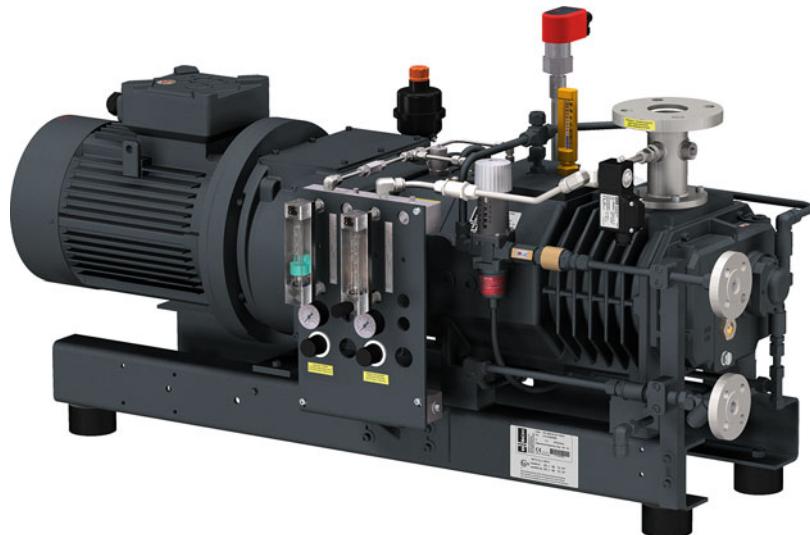


Abb. 5 Schrauben-Vakuumpumpe, COBRA NC 200 B, Kategorie 2 (innen und um die Pumpe herum), nach Richtlinie 2014/34/EU; links Sperrgasversorgung zur Trennung des Arbeitsraumes vom Getrieberaum, rechts Spülgasversorgung zur Spülung des Arbeitsraumes beispielsweise zur Inertisierung des Arbeitsraumes

angeordnete Umwälzpumpe fortwährend umgewälzt, unabhängig davon, ob das Thermostatventil den Kühlwasserkreislauf öffnet oder schließt.

Trocken laufende Schrauben-Vakuumpumpen als Geräte der Kategorie-1 werden vergleichsweise selten eingesetzt. Ursächlich hierfür sind nicht nur die zusätzlichen Kosten, sondern auch die mit dem Einsatz von Flammendurchschlagsicherungen einhergehenden technischen Nachteile.

So ist bei der Verwendung von Flammendurchschlagsicherungen die Gefahr der Verschmutzung und Verstopfung durch mitgeförderte Feststoffe immer zu berücksichtigen. Infolge der geringen Spaltweiten in den Flammendurchschlagsperren kann bei manchen Anwendungen das Saugvermögen bereits nach kurzer Zeit drastisch sinken. Ebenso kann der durch die saugseitig installierte Flammendurchschlagsperre auftretende Druckverlust sehr hohe Werte annehmen. Der hier auftretende Druckverlust bewirkt bei Ansaugdrücken unterhalb von etwa 50 hPa ein zunehmend absinkendes Saugvermögen der Vakuumpumpe und kann bereits bei 10 hPa auf 25 % des ursprünglichen Saugvermögens abgesunken sein.

3 Spezifisches Zubehör für Verdrängerpumpen

3.1 Sorptionsfallen

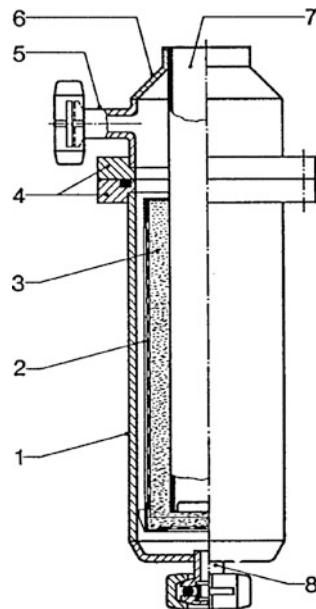
Um zu verhindern, dass Öl aus einer ölgedichteten Verdrängerpumpe in den Hochvakuumteil eines Vakuumsystems gelangt, setzt man zwischen Verdrängerpumpe und Hochvakuumpumpe (in der Regel eine Turbomolekularpumpe) eine Sorptionsfalle.

In einer Sorptionsfalle (Abb. 6) befindet sich ein geeignetes Sorptionsmittel. Als wirksamstes von allen untersuchten Mitteln hat sich neben Zeolith aktiviertes Aluminiumoxid in Granulatform erwiesen. Es hat einen Wirkungsgrad von 99 % und drosselt das Saugvermögen der Verdrängerpumpe bei richtiger Auslegung nur wenig. Es ist jedoch zu beachten, dass das Sorptionsmittel nach einiger Zeit gesättigt ist und ausgetauscht oder regeneriert werden muss. Die Sättigung erfolgt jedoch nicht nur durch die Sorption rückströmender Öldämpfe, sondern auch durch die Sorption abgepumpter Gase und Dämpfe. Oft ist es daher ratsam, mit Hilfe von Ventilen zwei Fallen parallel einzubauen und sie wechselseitig zu betreiben und zu warten (siehe auch ► Kap. 20, „Passive Sorptionspumpen“). Ist dies z. B. aus konstruktiven oder wirtschaftlichen Gründen nicht möglich, so leistet eine Umwegleitung, die die Sorptionsfalle überbrückt, gute Dienste. Durch diese werden bei abgesperrter Falle zunächst die großen Gasmengen – z. B. beim Evakuieren ab Atmosphärendruck – gepumpt und die Falle wird erst dann freigegeben, wenn der Druck nur mehr wenige 100 Pa beträgt.

3.2 Sicherheitsventile

Das Sicherheitsventil, Abb. 7, das auf den Saugstutzen der Pumpe gesetzt wird, hat die Aufgabe, bei Stromausfall oder beim Abschalten der Pumpe den Saugstutzen

Abb. 6 Halbschnitt durch eine Feinvakuum-Sorptionsfalle: 1 Gehäuse der Falle; 2 Siebkorb; 3 Molekularsiebe (Füllung); 4 Dichtungsflansche; 5 Anschlussflansch mit Kleinflansch; 6 Oberteil der Falle; 7 Heiz- oder Kühlmediumbehälter; 8 Anschlussstutzen mit Kleinflansch

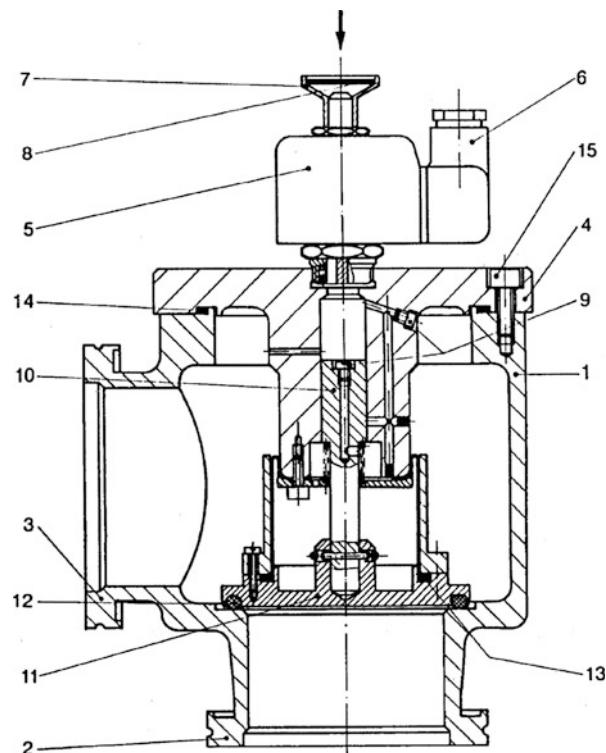


gegen den Rezipienten abzusperren und die Pumpe zu belüften. Die Absperrung und die Belüftung erfolgen zeitlich nacheinander, so dass ein Luftschluck beim Schließen praktisch vermieden wird. Das elektromagnetische Steuerventil ist elektrisch mit dem Motor verbunden und steuert den Lufteinlass, der das eigentliche Ventil durch die Druckdifferenz zwischen Saugleitung und Umgebungsdruck schließt und die Pumpe anschließend belüftet, so dass sich der Schöpfraum nicht mit Öl füllt. Beim Starten der Pumpe wird das Steuerventil geschlossen und die Pumpe evakuiert das Sicherheitsventil, bis die eingebaute Feder es wieder öffnet. Eine weitere Methode ist das sogenannte Saugstutzenventil, oder Rückschlagventil, das in die modernen Drehschieberpumpen eingebaut ist (Abb. 7). Hier wird durch verschiedene Mechanismen (Fliehkraftschalter, Magnetschalter, hydraulischer Schalter u. a.) dafür gesorgt, dass der Saugstutzen der Pumpe verschlossen und die Pumpe belüftet wird. Bei Vorhandensein eines Saugstutzenvents ist kein Sicherheitsventil wie oben beschrieben erforderlich. Die Leckrate dieser Ventile ist sehr klein und mit den Leckraten normaler Ventile vergleichbar.

3.3 Ölfilter und Ölreinigung

Häufig tritt während des Betriebs der Vakuumpumpe der Fall ein, dass in einer Pumpphase mit einem größeren Anfall von festen Teilchen zu rechnen ist, die dann in der Pumpe bleiben, sich dort ansammeln und zu Störungen oder übermäßigem Verschleiß führen können. In diesen Fällen ist es zweckmäßig, an der Pumpe eine Einrichtung anzubringen, die während des Betriebs für eine ständige Filterung des

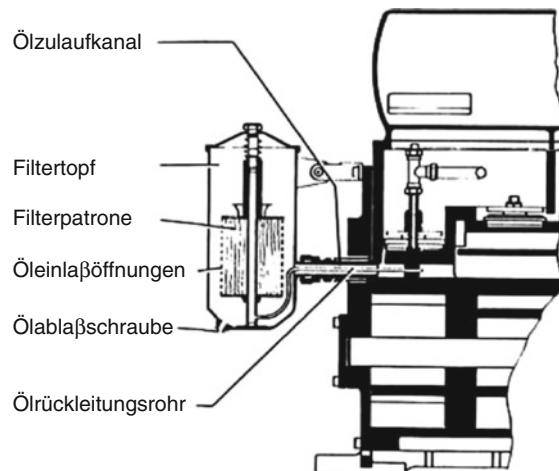
Abb. 7 Schnitt durch ein Sicherheitsventil des Typs SECUVAC: 1 Gehäuse; 2 Anschlussflansch zur Vakuumapparatur; 3 Anschlussflansch zur Pumpe; 4 Oberteil; 5 Lufteinlassventil (elektromagnetisch); 6 Kabelanschluss; 7 Lufteinlass mit Filterscheibe; 8 Düse; 10 Stempel; 11 Ventilteller; 12 Ventilteller-Dichtung; 13 Rollmembran; 14 Dichtring; 15 Befestigungsschraube



Öls sorgt. Dies kann auf unterschiedliche Weise geschehen. Es gibt Filtergeräte, die im Nebenstrom mit eigener Ölpumpe an die Vakuumpumpe angeschlossen werden oder es werden Filter in die Ölzführungsleitungen zur Pumpe eingebaut (Hauptstromfilterung).

Die Wirkungsweise einer solchen Filterung sei am Beispiel der Ölfilterungseinrichtung näher beschrieben. Bei der Ölfilterungseinrichtung wird ein Filtertopf, der an einer Seite ein konzentrisches Adapterrohr besitzt, mit diesem Rohr anstelle der Ölabblassschraube an die Vakuumpumpe geschraubt. Im Filtertopf befindet sich ein Filtereinsatz. Beim Betrieb tritt Öl aus dem Vorrat der Pumpe über den Auspuffventilen durch das äußere konzentrische Rohr (Abb. 8) in den Filtertopf. Durch Öleinlassbohrungen gelangt es in den Filtereinsatz (z. B. eine normale Lkw-Filterpatrone). Nach Durchlaufen der Filterpatrone, in der mechanische Verunreinigungen zurückgehalten werden, tritt das gereinigte Öl durch das Innere der beiden konzentrischen Rohre wieder in den Ölkreislauf der Pumpe ein. Dadurch entsteht ein selbstständiger Ölkreislauf über den Filter vom Ölrorrat auf der Auspuffseite zum Ansaugraum der Vakuumpumpe. Hier wird der Druckunterschied zum Transport des Öls ausgenutzt, während bei anderen Einrichtungen eine separate Ölpumpe diese Aufgabe übernimmt.

Da im Filter immer eine größere Ölmenge mit Gasen hohen Drucks (im Normalfall Luft von Atmosphärendruck) in innige Berührung kommt, ist der Enddruck mit

Abb. 8 Ölfilter schematisch

Filtreinrichtung etwas schlechter als ohne diese. Bei zweistufigen Pumpen kann die Zuführung des Öls so gelegt werden, dass es erst entgast wird, bevor es in die saugseitige Stufe (Hochvakuumstufe) gelangt. Durch eine Filtreinrichtung erhöht sich die im Umlauf befindliche Ölmenge der Pumpe. Dies ist bei luftgekühlten Pumpen vorteilhaft, da dann das Öl besser gekühlt wird. Besonders von Vorteil ist dies jedoch, wenn korrodierende Gase oder Dämpfe abgepumpt werden müssen. Sind keine besonderen Maßnahmen getroffen, so hängt es allein von der Menge des vorhandenen Öls (mit entsprechenden Inhibitoren) ab, wie viel der kritischen Medien im Öl gespeichert bzw. neutralisiert werden können. Außerdem macht es die Filtreinrichtung möglich, in den Ölkreislauf ein chemisch wirkendes Element (z. B. Natriumcarbonat bei Säureanfall) einzubringen, das für eine Verminderung der Ölbeladung sorgt.

Da die Filtreinrichtung vom heißen Öl der Vakuumpumpe durchströmt wird, ist es ein Zeichen für einen gestörten Kreislauf, wenn die Leitungen bzw. der Filtertopf kalt werden. Meist ist dann der Filter gesättigt und hat eine so hohe Druckdifferenz aufgebaut, dass das Öl nicht mehr fließen kann. Oft sind jedoch spezielle Überwachungselemente (z. B. Manometer) vorhanden, die eine Sättigung des Filterelements anzeigen. Dann muss der Filtereinsatz gewechselt oder gereinigt werden. Zweckmäßig ist es, auch gleich einen Ölwechsel an der Pumpe durchzuführen und die Verbindungsleitungen zu reinigen.

3.4 Auspuff-Filter (Ölnebelabscheider)

Durch das innige Vermischen von Gas und Pumpenöl während des Verdichtungs- und Ausstoßvorganges stößt eine Vakuumpumpe nicht nur das gepumpte Gas auf der Auspuffseite aus, sondern auch Ölteilchen, die vom Gas mitgerissen werden (Aerosole) und als „Rauch“ oder „Ölnebel“ am Auspuff zu sehen sind. (Dazu kommen noch sehr kleine Mengen Oldampf, entsprechend dem Dampfdruck des Öls.)

Dieser Ölnebel, der sich in den Arbeitsräumen unangenehm bemerkbar macht, wurde früher über eine Auspuffleitung gesammelt und mit dem gepumpten Gas ins Freie ausgestoßen. Eine umweltgerechte Lösung sind Filterelemente.

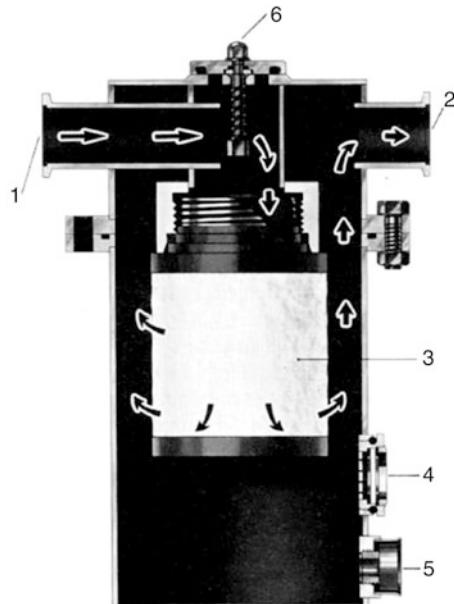
Die im Abgas enthaltenen Ölaerosole haben Tröpfchengrößen von $0,01 \mu\text{m}$ – $0,8 \mu\text{m}$. Diese feinen Tröpfchen sind durch die herkömmlichen Gewebe- oder Keramikfilter nicht mehr abzuscheiden. Erst die Schaffung eines Filtermaterials aus sehr feinen Borsilikatfasern, die so miteinander verbunden sind, dass auch genügend Hohlräume entstehen, die Verschmutzungen aufnehmen können, hat hier Abhilfe geschaffen. Dieses Filtermaterial wurde zu zylindrischen Filterelementen geformt und durch entsprechende Maßnahmen abgestützt, damit auch Druckdifferenzen auftreten können. Bei den Auspuff-Filtern entsprechend Abb. 9 sind diese Filterelemente in zylindrische Behälter eingesetzt.

Die Abgase der Pumpe treten in den Auspuff-Filter ein, werden im Filterelement vom Ölnebel gereinigt und strömen nach Durchtritt des Filterelements aus dem Filter aus. Das Öl wird im Filterelement gesammelt und tropft am unteren Elementende ab. Anhand des Ölschauglases kann das abgeschiedene Öl kontrolliert und eventuell abgelassen werden. Verschmutzt das Filterelement, so steigt der Druckverlust. Bei einem Druck von 150 kPa (50 kPa oder $0,5 \text{ bar}$ Überdruck) öffnet das eingebaute Überdruckventil, was als Zeichen für den Filterelementwechsel zu betrachten ist.

Diese Auspuff-Filter sind in der Größe auf das Saugvermögen der entsprechenden Pumpe abgestimmt. Es kann jedoch zweckmäßig sein, dass eine Reihe kleinerer Pumpen an einem großen Abscheider betrieben wird, vor allem dann, wenn die Pumpen im Intervallbetrieb arbeiten.

Abb. 9 Ölnebelabscheider:

- 1 Anschlussflansch zur Pumpe;
- 2 ölfreier Auspuff;
- 3 Filter;
- 4 Ölschauglas;
- 5 Ölabblass;
- 6 Überdruckventil



3.5 Staubfilter

Bei manchen Prozessen (z. B. Stahlentgasen u. a.) entstehen größere Mengen Staub, die, vom Gas mitgerissen, in die Vakuumpumpen gelangen und dort mit dem vorhandenen Öl für die Pumpe schädliche Schmiergelmischungen ergeben. Sofern die Staubmenge klein genug ist, genügt es, den Ölkreislauf zu filtrieren. Bei größerem Staubanfall genügen die Ölfilter nicht mehr, vor allem dann nicht, wenn sich der Staub in den Leitungen absetzen kann und dann Zusammenbackungen in die Pumpe gelangen können. Um Schädigungen der Pumpen zu verhindern, werden je nach Einsatzfall und Pumpengröße unterschiedliche Staubfilter verwendet.

Für kleine Pumpen werden häufig in die Leitung eingebaute Wattefilter verwendet, die entsprechend großflächig ausgebildet sein müssen, um die Drosselverluste klein zu halten. Bei Pumpenprozessen mit einem niedrigsten Arbeitsdruck um ca. 1 kPa (z. B. in der Verpackungsindustrie) können auch Siebfilter (Maschenweite um 25 µm) oder Papierfilter, wie sie als Luftfilter für große Motoren verwendet werden, zum Einsatz kommen. In diesem Druckbereich spielt die Drosselung noch keine solch entscheidende Rolle und die Dichtheit der Filter reicht aus.

Für den Einsatz unter 1 kPa haben sich die Filter, die nach einem doppelten Prinzip arbeiten, bewährt (Abb. 10). Die Luft tritt bei 1 tangential ein, wodurch der äußere zylindrische Mantel 2 als Zyklonabscheider wirkt. Nachdem dort die größeren Verunreinigungen abgeschieden sind, gelangt die Luft in den inneren Mantel, der ölbefetzte Raschigringe 3 enthält; der Abscheidegrad beträgt bis Korngrößen von 10 µm etwa 99,9 % und bis Korngrößen von 2 µm etwa 99,8 %. Die Drosselung des

Abb. 10 Staubfilter

Anschlussflansch zur

Vakuumanlage:

1 Ansaugflansch;

2 Zyklonenabscheidung;

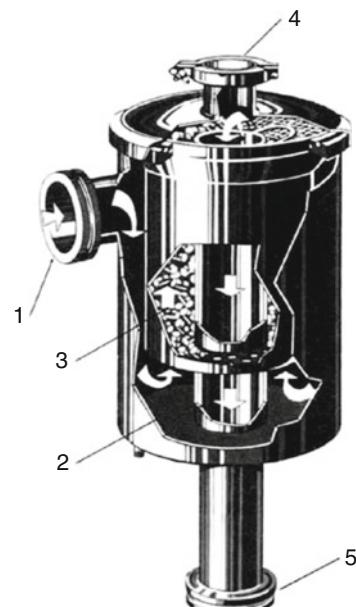
3 ölgetränkter Feinabscheider;

Pumpenanschlüsse

(wahlweise): 4 Kleinflansch;

5 Festflansch;

Überdruckventil unten



Filters ist bis 1 kPa vernachlässigbar, bei 0,1 kPa beträgt sie ca. 10 %, bei 10 Pa ca. 50 % des Saugvermögens der entsprechenden Pumpe. Hier tritt häufig das Problem auf, dass Dämpfe abgesaugt werden müssen, die in der Pumpe aushärten (z. B. Kunststoffdämpfe). Dann ist häufiger (meist täglicher, unter Umständen stündlicher) Ölwechsel nötig, da eine Aushärtung in der Pumpe diese ernstlich gefährden kann. Die Pumpe bleibt eventuell sogar stehen oder läuft am nächsten Tag (nach einer Stillstandzeit) nicht mehr an. Diese Dämpfe können durch Aktivkohlefilter sehr wirksam von der Pumpe ferngehalten werden. Die Aktivkohle hält diese Dämpfe durch Adsorption fest.

Literatur

1. Laurenson, L.: Technology and application of pumping fluids. *J. Vac. Sci. Technol.* **20**(4), 989–995 (1982)
2. O'Hanlon, J.E.: Vacuum pump fluids. *J. Vac. Sci. Technol. A* **2**, 174–181 (1984)
3. Lang, H.G.: Betriebsmittel für Vakuumpumpen in der chemischen Industrie und in der Kunststoffindustrie. In: *Handbuch Verdichter, Teil II Vakuumpumpen*, S. 418–423. Vulkan-Verlag, Essen (1990)
4. Baker, M.A., Holland, L., Stanton, D.A.G.: The design of rotary pumps and systems to provide clean vacua. *J. Vac. Sci. Technol.* **9**(1), 412–415 (1972)
5. Jorisch, W., Moll, J.: Vakuum-Pumpen und Vakuum-Pumpsätze für die industrielle Vakuumtechnik. In: *Handbuch Verdichter, Teil 11; Vakuumpumpen*, S. 402–409. Vulkan-Verlag, Essen (1990)
6. Pujo, E.: Vakuumtechnik im Einsatz bei chemischen Prozessen. In: *Handbuch Verdichter, Teil II Vakuumpumpen*, S. 424–430. Vulkan-Verlag, Essen (1990)
7. Duval, P.: Using mechanical vacuum pumps for L.P., CVD, plasma etching and reactive ion etching. In: *Proceedings of 8th International Vacuum Congress, Suppl. Rev. Le Vide Nr. 201, Bd. 2*, S. 26–29. Cannes (1980)
8. Duval, P.: Pumping chlorinated gases in plasma etching. *J. Vac. Sci. Technol. A* **1**(2), 223–226 (1983)
9. Valente, M.: Perfluoropolyether vacuum fluids for safety in semiconductor processing. *Vacuum* **35**, 511–512 (1985) (abstract)
10. Connock, P., Devaney, A., Ctrirrington, L.: Vacuum pumping of aggressive and dust laden vapors. *J. Vac. Sci. Technol.* **18**(3), 1033–1036 (1981)
11. Dennis, N.T.M., Budgen, L.L., Laurenson, L.: Mechanical boosters on clean or corrosive applications. *J. Vac. Sci. Technol.* **18**(3), 1030–1032 (1981)
12. Fischer, K., Henning, J., Abbel, K., Lotz, H.: Pumping of corrosive or hazardous gases with turbomolecular and oil-filled rotary vane backing pumps. *J. Vac. Sci. Technol.* **18**(3), 1026–1029 (1981)
13. Carrington, L., et al.: Mechanical vacuum pumping equipment involving corrosive and aggressive materials. *J. Vac. Sci. Technol.* **20**(4), 1019–1082 (1982)
14. Berges, H.P.: Increased life and reliability of rotary vane pumps by using process fitting accessories for pumping aggressive gases. In: *Proceedings of 8th International Vacuum Congress. Suppl. Rev. Le Vide. Nr. 201. Bd. 2*, S. 30–33. Cannes (1980)
15. Fischer, K., et al.: Pumping of corrosive or hazardous gases with turbomolecular and oil-filled rotary vane backing pumps. *Vacuum* **32**(10/11), 619–621 (1982)
16. Bachmann, P., Berges, H.-P.: Sicherheitsaspekte beim Einsatz ölgedichteter Drehschieber-Vakuumpumpen in CVD -Anwendungen. *Vakuum-Technik* **36**, 41–47 (1987)
17. Whikman, C.B.: Reclamation of vacuum pump fluids. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 255–261 (1987)

18. Fulker, M.: Backstreaming from rotary pumps. Vacuum **18**(8), 445–449 (1968)
19. Harris, N.S.: Rotary pump back-migration. Vacuum **28**(6/7), 261–268 (1978)
20. Laurenson, L., et al.: Rotary pump backstreaming; An analytical appraisal of practical results and the factors affecting them. J. Vac. Sci. Technol. A **6**, 238–242 (1988)
21. Hablanian, M., Bez, E., Farrand, J.L.: Elimination of backstreaming from mechanical vacuum pumps. J. Vac. Sci. Technol. A **5**, 2612–2615 (1987)
22. PNEUROP.: Vakuumpumpen, Abnahmeregeln Teil 1, Maschinenbau-Verlag GmbH, Ffm. 1979, und DIN 28426, Teil 1 (1983)
23. Baratti, A.: Absaugen von feuchten und korrosiven Gasen mit mechanischen Vakuumpumpen. In: Handbuch „Verdichter“, Teil II Vakuumpumpen, S. 379–383. Vulkan-Verlag, Essen (1990)
24. Atta, C.M. van: Vacuum science and engineering, S. 184 ff. McGraw-Hill Bock Company, New York (1965)
25. DIN EN ISO 80079-36:2016-12
26. Redeker, T.: Die neuen europäischen Richtlinien 94/9/EG (ATEX 95) und 99/92/EG (ATEX 137) zum Explosionsschutz – Bedeutung für Hersteller und Betreiber. PTB-Bericht ThEx-20. Braunschweig, Fachverlag NW in der Carl Schünemann Verlag GmbH, Bremen (2001)

Weiterführende Literatur zum Betrieb von Verdrängerpumpen

- Mirgel, K.H.: Vane-type pump with fresh oil lubrication and 100 °C-technique saves energy and avoids pollution. In: Proceedings of 8th International Vacuum Congress, Suppl. Rev. Le Vide, Nr. 201, Bd. 2, S. 49–52. Cannes (1980)
- Wycliffe, H.: Mechanical high-vacuum pumps with an oil-free swept volume. J. Vac. Sci. Technol. A **5**, 2608–2611 (1987)
- Laurenson, L., Turell, D.: The performance of a multistage dry pump operating under non-standard conditions. Vacuum **38**, 665–668 (1988)
- Duval, P.: Selection criteria for oil-free vacuum pumps. J. Vac. Sci. Technol. A **7**, 2369–2372 (1989)
- Woreg, W., et al.: An evaluation of the composition of the residual gas atmosphere above a commercial dry pump. J. Vac. Sci. Technol. A **6**, 1183–1186 (1988)
- Berges, H.P., Goetz, D.: Oil-free vacuum pumps of compact design. Vacuum **38**, 761–763 (1988)
- Berger, H.P., Kuhn, M.: Handling of particles in forevacuum pumps. Vacuum **41**, 1828–1832 (1990)



Harald Grave

Zusammenfassung

Dieses Kapitel behandelt die Grundlagen der Kondensation im Grobvakuum, insbesondere bei Trocknungs- und Verdampfungsprozessen. Es wird auf die Kondensation reiner Dämpfe bzw. Dampfgemische und auf den Einfluss von nichtkondensierbaren Gasen eingegangen. Die grundlegenden Bauarten von Oberflächen- und Mischkondensatoren werden vorgestellt und die Integration dieser Kondensatoren in Systeme zur Vakumerzeugung auch mit Berechnungsbeispielen erläutert.

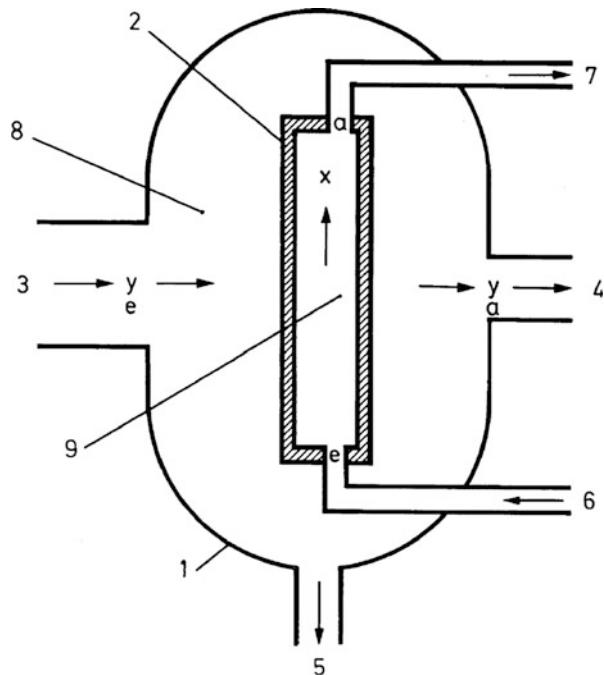
1 Kondensationsvorgänge im Vakuum

1.1 Grundlagen

Bei Trocknungs- und Verdampfungsprozessen im Vakuum ist die Hauptaufgabe der Vakuumpumpeinrichtung das Absaugen der entstehenden Gase und Dämpfe [1, 2]. Für Dämpfe sind Kondensatoren besonders einfache und wirtschaftliche Vakuumpumpen. Da ein Kondensator nur Dämpfe pumpen kann, muss er in Kombination mit Vakuumpumpen betrieben werden, die anfangs die im Prozessbehälter befindliche Luft abpumpen und später die aus dem Prozess und der Leckage stammenden Gase entfernen. Abb. 1 zeigt den prinzipiellen Aufbau: In dem Kondensatorgehäuse 1 ist eine Kondensationsfläche 2 angeordnet, die durch Kühlmitteldurchfluss von e nach a in x-Richtung auf einer niedrigen Temperatur gehalten wird. Der Dampf tritt am Eintritt 3 ein und gibt beim Auftreffen auf die Kondensationsfläche 2 seine Kondensationswärme an diese ab, sofern die Temperatur der Kondensationsfläche T_K

H. Grave (✉)
GEA Wiegand GmbH, Karlsruhe, Deutschland
E-Mail: harald.grave@gea.com

Abb. 1 Schematische Darstellung eines Kondensators: 1 Gehäuse; 2 Kondensationsfläche = Wand des Kühlmittelkanals; 3 (e) Eintritt des Dampf-Gas-Gemischs; 4 (a) Austritt der nicht kondensierten Anteile des Gemischs; 5 Kondensataustritt; 6 (e), 7 (a) Kühlmittelein-, austritt; 8 Dampf-Gas-Raum; 10 Kühlmittelkanal; x Strömungsrichtung des Kühlmittels; y Strömungsrichtung des Dampf-Gas-Gemischs



deutlich niedriger als die Sättigungstemperatur T (Taupunkttemperatur, Kondensationstemperatur) des Dampfes ist. Die bei der Verflüssigung des Dampfes freiwerdende Kondensationswärme wird von dem Kühlmittel aufgenommen, das sich dabei erwärmt und die Wärme abführt. Das Kondensat fließt durch den Abfluss 5 ab, die nicht kondensierten Anteile werden durch eine am Austritt 4 angeschlossene Vakumpumpe entfernt.

Sättigungstemperatur T_s und Dampfdruck p_s eines Stoffes sind durch die Dampfdruckkurve verknüpft (siehe ▶ Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“) [3]. Für Wasser und einige Lösungsmittel sind Dampfdruckkurven für den Bereich zwischen $-50\text{ }^\circ\text{C}$ und $+290\text{ }^\circ\text{C}$ in Abb. 2 aufgetragen. Dabei stellt der Bereich rechts der Dampfdruckkurve den gasförmigen Zustand dar, links der Kurve ist der Stoff flüssig oder fest, auf der Kurve sind Flüssigkeit und gesättigter Dampf im Gleichgewicht koexistent. Bei Erniedrigung der Temperatur eines nicht gesättigten (überhitzenen) Dampfes kondensiert er bei der zum vorliegenden Dampfdruck gehörenden Sättigungstemperatur (Taupunkttemperatur).

Bei der Kondensation muss die Kondensationswärme – die gleich der Verdampfungswärme ist – abgeführt werden. Die spezifische Kondensationswärme r ist temperaturabhängig; sie ist z. B. für Wasser bei $\vartheta = 25\text{ }^\circ\text{C}$ ca. 10 % größer als bei $\vartheta = 100\text{ }^\circ\text{C}$. Für einige Stoffe ist sie für einen Kondensationsdruck von 101,3 kPa in Tab. 1 angegeben.

Liegt der Dampf nicht als gesättigter Dampf – entsprechend dem durch die Dampfdruckkurve gegebenen Zustand – sondern mit höherer Temperatur

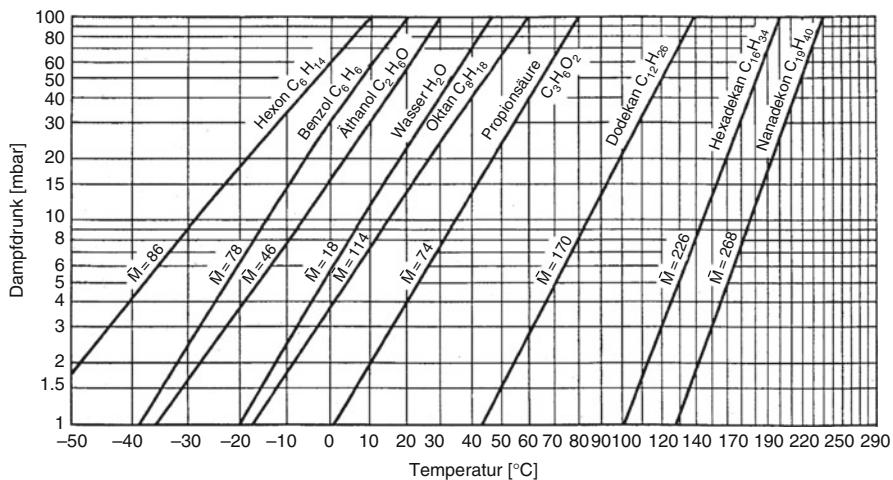


Abb. 2 Dampfdruckkurven $p_s(\theta)$ einiger Stoffe

Tab. 1 Molare Masse M und spezifische Kondensationsenthalpie Δh bei einem Druck $p_n = 101,3$ kPa für einige Stoffe

Stoff	Molare Masse M in kmol/kg	Kondensationsenthalpie Δh in kJ/kg
Aceton	58,08	523
Benzol	78,11	394
Ethanol	46,07	846
Hexan	86,18	335
Oktan	114,23	301
Wasser	18,02	2257

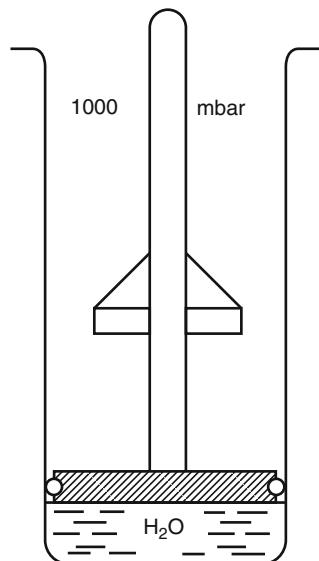
als überheizter Dampf vor, so ist auch die Überhitzungswärme, die aus der spezifischen Wärmekapazität (siehe ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“) des Dampfes errechnet werden kann, abzuführen.

Genaue Werte der spezifischen Wärmekapazität und der spezifischen Kondensationswärme bei verschiedenen Kondensationstemperaturen können den Dampftabellen [1], [4] entnommen werden.

1.2 Kondensation reiner Dämpfe

Wir wollen uns folgendes vorstellen: In einem Gefäß soll sich eine bestimmte Flüssigkeitsmenge befinden, die zu verdampfen ist. Auf der Flüssigkeitsoberfläche liegt ein gewichtsloser, beweglicher Kolben, wie in Abb. 3 dargestellt. Handelt es sich bei der Flüssigkeit z. B. um Wasser und wird diesem Wärme zugeführt, wie in Abb. 4 gezeigt, so verdampft dieses bei 100 °C und der Kolben wird nach oben

Abb. 3 Becherglas mit gewichtslosem Kolben



verschoben, so dass der Verdampfungsvorgang bei konstantem Druck (1000 mbar) und bei konstanter Temperatur (100°C) stattfindet.

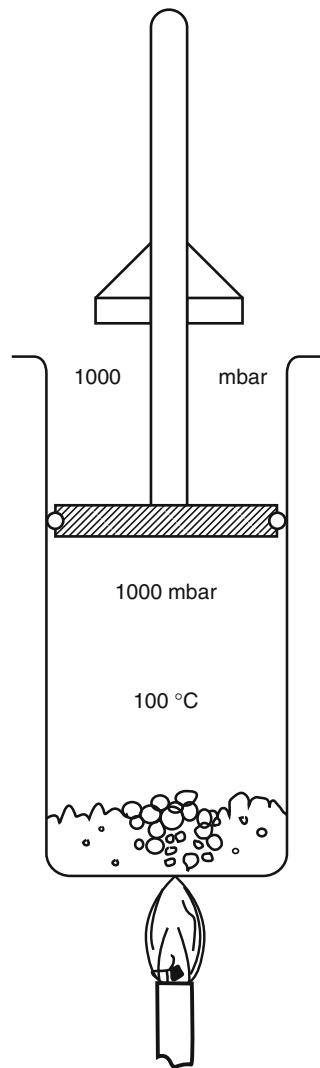
Der Raum zwischen Kolben und Wasseroberfläche ist dann mit Wasserdampf von atmosphärischem Druck gefüllt. Unterbricht man nun die Wärmezufuhr, stellt den Kolben fest und stellt das Verdampfungsgefäß in ein Kühlbad, wie in Abb. 5 dargestellt, so dass die ganze Apparatur auf 20°C abkühlt, so wird der Wasserdampf weitgehend kondensieren und es wird sich unter Voraussetzung einer vollkommen dichten Apparatur ein Vakuumdruck von 23 mbar einstellen. Es entsteht also durch Kondensation unter den hier gemachten Voraussetzungen ein Vakuum (siehe ► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“).

In Kondensatoren wird die vom Dampf abgegebene Kondensationswärme an das Kühlmittel übertragen. Der Wärmestrom \dot{Q} ist dabei proportional der Austauschfläche A , der mittleren Temperaturdifferenz ΔT_m und dem Wärmedurchgangskoeffizienten k .

$$\dot{Q} = A \cdot \Delta T_m \cdot k \quad (1)$$

Zur Darstellung der mittleren Temperaturdifferenz ΔT_m ist in Abb. 6 der Temperaturverlauf von Dampf und Kühlmittel längs der Kondensationsfläche 2 in Strömungsrichtung x (Abb. 1) aufgetragen. Dabei wurde ein konstanter Dampfdruck p_s angenommen, was nur bei der Kondensation eines reinen Dampfes ohne nicht-kondensierbare Anteile möglich ist. Außerdem muss ein Kondensator verwendet werden, der durch große Strömungsquerschnitte für den Dampf keinen Druckabfall verursacht. Bei realen Verhältnissen sinkt die Sättigungstemperatur T_s längs der Kondensationsfläche ab.

Abb. 4 Siedendes Wasser und Wasserdampf bei Atmosphärendruck



Die Temperatur des Kühlmittels steigt von der Eintrittstemperatur $T_{K,e}$ auf die Austrittstemperatur $T_{K,a}$ an. Dieser Temperaturanstieg ist bestimmt durch den Massenstrom \dot{m}_K und die spezifische Wärmekapazität c_K des Kühlmittels und errechnet sich aus

$$T_{K,a} - T_{K,e} = \frac{\dot{Q}}{\dot{m}_K \cdot c_K} \quad (2)$$

Für genaue Berechnungen ist, da $T_K(x)$ etwa einem Exponentialgesetz gehorcht, für die mittlere Temperaturdifferenz in Gl. 1 der logarithmische Mittelwert

Abb. 5 Wasserdampf und Wasser im Phasengleichgewicht

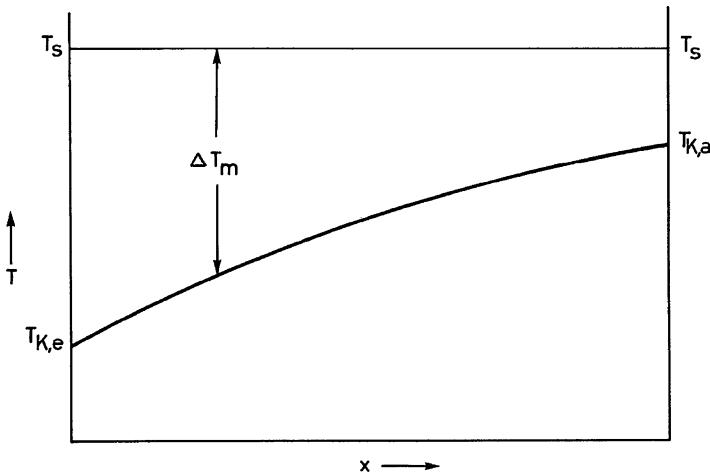
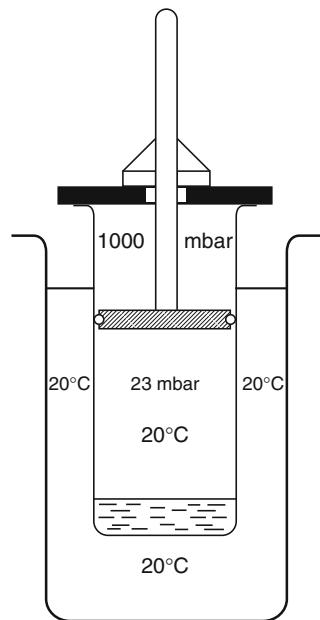


Abb. 6 Temperaturverlauf bei Kondensation eines reinen Dampfes (Taupunktstemperatur $T_s = \text{const.}$, $T_K = \text{Temperatur des Kühlmittels}$)

$$\Delta T_m = \frac{\Delta T_e - \Delta T_a}{\ln \frac{\Delta T_e}{\Delta T_a}} \quad (3)$$

der Temperaturdifferenz am Eintritt $\Delta T_e = T_s - T_{K,e}$ und der Temperaturdifferenz am Austritt $\Delta T_a = T_s - T_{K,a}$ des Kondensators einzusetzen.

Bei einem Verhältnis $\Delta T_e / \Delta T_a < 3$ bleibt der Fehler kleiner als 10 %, wenn als mittlere Temperaturdifferenz das algebraische Mittel

$$\Delta T_m = \frac{\Delta T_e + \Delta T_a}{2} \quad (4)$$

verwendet wird.

Der Wärmedurchgangskoeffizient k wird durch den Wärmeübergangskoeffizient α_C auf der Kondensationsseite, die Dicke d und Wärmeleitfähigkeit λ der Kühlflächenwand und den Wärmeübergangskoeffizient α_K auf der Kühlmittelseite bestimmt (Abb. 7).

$$\frac{1}{k} = \frac{1}{\alpha_C} + \frac{d}{\lambda} + \frac{1}{\alpha_K} \quad (5)$$

Der Wärmeübergangswiderstand d/λ des Kühlflächenmaterials ist bei den üblichen Ausführungen aus dünnem Metall vernachlässigbar klein. Auf der Kühlmittelseite erreicht der Wärmeübergangswiderstand $1/\alpha_K$ günstige kleine Werte, wenn durch ausreichende Strömungsgeschwindigkeit turbulente Strömung erreicht und außerdem die Bildung von Schmutzschichten verhindert wird. Bei der Kondensation von reinem Dampf ohne nicht kondensierbare Anteile wird der Wärmeübergangswiderstand $1/\alpha_C$ auf der Kondensationsseite fast ausschließlich durch die Wärmeleitung des Kondensatfilms bestimmt und hat dann meist einen sehr günstigen Wert. Unter diesen Bedingungen existieren fundierte Berechnungsmethoden, die eine sichere Bestimmung des Wärmedurchgangskoeffizienten k gestatten [1].

1.3 Kondensation von Gas-Dampf-Gemischen

Ausgehend vom Zustand in Abb. 4 soll angenommen werden, dass sich vor dem Abkühlen in dem abgeschlossenen Volumen nicht nur Wasserdampf befand, sondern

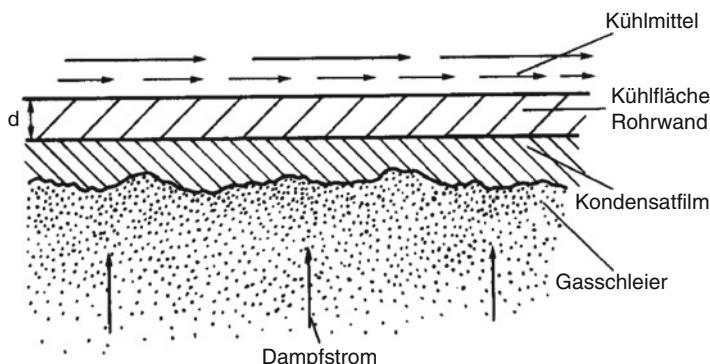


Abb. 7 Schematische Darstellung der Wärmeübertragung vom kondensierenden Dampf auf das Kühlmittel

auch eine gewisse Luftmenge (also ein nicht kondensierbares Gas, im Folgenden als Inertgas bezeichnet) mit enthalten war. Bei einem Gesamtdruck von 1000 mbar soll z. B. ein Wasserdampfpartialdruck von 950 mbar herrschen. Wird jetzt bei konstantem Volumen auf 20 °C abgekühlt, so bleibt die Masse der Luft erhalten. Der Luftpartialdruck erniedrigt sich von 50 mbar auf 40 mbar durch die Abkühlung von 100 °C auf 20 °C. Dieser addiert sich nach erfolgter Wasserdampfkondensation zum Wasserdampfpartialdruck von 24 mbar, so dass sich in diesem Fall ein Vakuumdruck von 64 mbar einstellt. Das übrigbleibende Dampf-Luft-Gemisch ist mit Wasserdampf gesättigt, denn der Wasserdampfpartialdruck ist gleich dem Sattdampfdruck von Wasser bei der herrschenden Temperatur, also hier bei 20 °C. An Stelle von Wasser kann man sich natürlich beliebige Flüssigkeiten vorstellen. Je nach Lage der Dampfdruckkurve ergibt sich ein anderes Vakuum.

Oft fallen bei Vakuumprozessen kondensierbare Dämpfe kontinuierlich an, d. h. in nahezu konstantem Massenstrom. In solch einem Dämpfestrom ist im Allgemeinen ein bestimmter Anteil Inertgas enthalten, der z. B. der in die Vakuumapparatur eindringende Leckluftstrom sein kann, wobei dieser natürlich so klein wie irgend möglich gehalten werden sollte. Führt man diesen Gemischstrom bei konstantem Druck, hier also unter Vakuum, an einer entsprechend gekühlten Fläche vorbei, so wird Dampf kondensieren und der Inertgasanteil, der am Anfang der Kondensationsfläche gering war, wird sich mit fortschreitender Kondensation vergrößern. Am Ende der Kondensationsfläche muss dann das übrigbleibende Inertgas-Dampf-Gemisch entfernt werden. Das geschieht durch Absaugen mit einer geeigneten Vakuumpumpe. Der Dampfanteil, mit dem das Inertgas am Ende der Kondensationsfläche gesättigt ist, ist natürlich umso geringer, je niedriger die Temperatur ist, die erreicht wird. Es ist deshalb angebracht, an der kältesten Stelle des Kondensators abzusaugen, also dort, wo das Kühlmittel zugeführt wird. Im Allgemeinen führt man deshalb das Kühlmittel im Gegenstrom zu dem zu kondensierenden Dampf-Inertgas Gemisch.

Bei Vorhandensein eines nicht kondensierbaren Gases ist der Partialdruck des Dampfes um den Inertgaspartialdruck gegenüber dem Gesamtdruck vermindert, d. h., der Dampf kann zu Beginn nicht bei der Sattdampftemperatur zum Gesamtdruck kondensieren, sondern bei einer niedrigeren Temperatur (durch Inertgaspartialdruck verminderter Dampfdruck bedeutet niedrigere Kondensationstemperatur) [5]. Wird nun aus diesem Gemisch durch Wärmeentzug Dampf kondensiert, so wird der Inertgasanteil umso größer, je mehr Dampf kondensiert. Dadurch sinkt aber die Kondensationstemperatur immer weiter ab unter Vergrößerung des Inertgasanteiles. Es ergibt sich ein Temperaturverlauf wie er in Abb. 8 dargestellt ist.

Ein Vergleich mit Abb. 6 zeigt nun einen wesentlich ungünstigeren Temperaturverlauf. Durch den Inertgasanteil ist die Kondensationstemperatur schon am Kondensatoreintritt vermindert. Sie sinkt im Verlauf der Kondensation immer weiter ab und ist am Ende des Kondensators am niedrigsten, weil dort der Anteil des Inertgases in der noch übrig bleibenden Gesamtmenge am höchsten ist. Wie vorher schon gesagt, ist es natürlich das Ziel, den Dampfanteil möglichst weit abzusenken, d. h., man versucht möglichst auf tiefe Temperaturen abzukühlen, was aber durch die zur Verfügung stehende Kühlmitteltemperatur begrenzt ist.

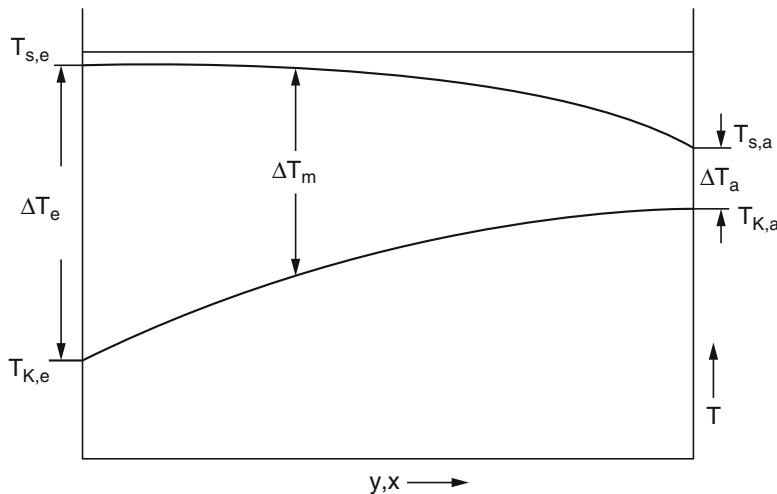


Abb. 8 Temperaturverlauf in einem Kondensator bei Anwesenheit von Inertgas. $T_{s,e}$ $T_{s,a}$ Taupunktstemperatur des Dampfes am Eintritt bzw. Austritt (Temperaturverlauf in y -Richtung, vgl. Abb. 1). $T_{K,e}$ $T_{K,a}$ Temperatur des Kühlmittels am Eintritt bzw. Austritt des Kühlmittels (Temperaturverlauf in x -Richtung)

Das Temperaturgefälle bei inertgashaltigem Dampf ist an jeder Stelle des Kondensators geringer als bei Kondensation von inertgasfreiem Dampf. Besonders am Ende des Kondensators (nachdem die Hauptwärmemenge abgeführt ist) fällt die Temperatur immer stärker ab. Man kann leicht einsehen, dass es hier sehr wichtig ist, das Kühlmittel im Gegenstrom zum kondensierenden Dampf zu führen. Man baut solche Kondensatoren deshalb manchmal mit einer besonderen Unterkühltasche mit deren Hilfe das übrigbleibende Inertgas-Dampf-Gemisch gezwungen wird, an der kältesten Stelle des Kondensators vorbei zu strömen. Einbauten der verschiedensten Formen werden gemacht, um den gleichen Zweck zu erreichen. Werden solche Einbauten jedoch nicht richtig vom Dampf umspült, so können sich Totzonen bilden. Hier bleibt dann das Inertgas stehen und versperrt dem Dampf den Weg zur Wärmeaustauschfläche, so dass Teile der Fläche ungenutzt bleiben.

Durch die Anwesenheit von Inertgasen wird jedoch nicht nur die mittlere Temperaturdifferenz ΔT_m geringer, sondern auch der Wärmeübergang verschlechtert sich, da der Wärmeübergangswiderstand $1/\alpha_C$ auf der Kondensationsseite zunimmt. Die kalten Wände der Kühlflächen sind für den Dampf eine Senke. Wenn der Dampf dort kondensiert, bleibt das Inertgas zurück und legt sich vor die Wärmeaustauschfläche. Nachströmender Dampf muss durch diese mit Inertgasen angereicherte Schicht diffundieren, um an die kalte Wand zu gelangen. Der Wärmeübergang wird also umso mehr erschwert, je höher der Inertgasanteil ist oder wird. Am Kondensatoraustritt ist deshalb der Wärmeübergang am schlechtesten.

Durch hohe Strömungsgeschwindigkeit im Kondensationsraum kann das Inertgas vor der Wärmeaustauschfläche weggespült werden, was den Wärmeübergang verbessert, und umgekehrt wird sich bei Verringerung der Geschwindigkeit der

Wärmeübergang verschlechtern. Bei gleichem Strömungsquerschnitt verringert sich aber mit fortschreitender Kondensation der Volumenstrom und damit die Strömungsgeschwindigkeit. Gleichzeitig sinkt die Kondensationstemperatur. Dies sind alles Faktoren, die zum Kondensatoraustritt hin die Verhältnisse immer ungünstiger werden lassen.

Um die Kondensation einigermaßen rechnerisch erfassen zu können, berechnet man solch einen Kondensator in mehreren Schritten. Manchmal werden auch mehrere Kondensatoren hintereinander geschaltet, z. B. ein Apparat für die Hauptkondensation und ein Nachkondensator für die Unterkühlung des Inertgases.

Die Wärmedurchgangszahlen bei Vakuumkondensatoren hängen nach dem Vorhergesagten von vielen Faktoren ab, besonders vom Inertgasgehalt und der Strömungsgeschwindigkeit im Kondensationsraum. Recht hohe Wärmedurchgangszahlen ergeben sich bei Turbinenkondensatoren, in denen zum Teil riesige Mengen Turbinenabdampf unter Vakuum kondensiert werden. Die Durchgangszahlen liegen je nach Konstruktion und Inertgasgehalt bei $2500 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ bis $5000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ (Tab. 2). Hier hat man es natürlich mit reinstem Wasserdampf zu tun, so dass von der Dampfseite mit keinerlei Verschmutzung zu rechnen ist. Auf der Wasserseite hängt die Verschmutzung von der Kühlwasserqualität ab und es müssen hierfür entsprechende Verschmutzungsfaktoren berücksichtigt werden.

Bei Kondensatoren, in denen Dampfgemische zu kondensieren sind, z. B. Kohlenwasserstoffdämpfe aus Destillationskolonnen in Erdölraffinerien, treten Wärmedurchgangszahlen zwischen 200 und $2500 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ auf. Wie schwierig hier eine exakte Berechnung wird, ersieht man daraus, dass in einem solchen Kondensator an verschiedenen Stellen unterschiedliche Komponenten kondensieren können bei sich änderndem Inertgasanteil, bei sich ändernder Strömungsgeschwindigkeit und Strömungsrichtung und bei sich ändernder Kondensationstemperatur. Die Unsicherheit der Berechnung wird oft dadurch kompensiert, dass sowohl auf der Dampf als auch auf der Wasserseite mit starker Verschmutzung zu rechnen ist, weshalb z. B. Raffinerien Verschmutzungsfaktoren angeben in der Größenordnung von $0,0004 \text{ m}^2 \text{ K/W}$ dampfseitig und $0,0002 \text{ m}^2 \text{ K/W}$ kühlwasserseitig. Dies entspricht Wärmeübergangszahlen von $2500 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ und $5000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ und bedeutet unter Umständen eine Verdoppelung oder Verdreifachung der Kondensationsfläche gegenüber einem völlig sauberen Kondensator, wodurch sich ein Fehler bei der Bestimmung der Wärmeübergangskoeffizienten auf der Dampfseite nur auf die Standzeit zwischen zwei Reinigungen auswirken kann, jedoch im Neuzustand immer genügend Reserve für einwandfreie Funktion

Tab. 2 Richtwerte für den Wärmeübergangskoeffizienten k in $\text{W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ bei Kondensation von Wasserdampf mittels Kühlwasser

Kondensatortyp	k in $\text{W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$
Großkondensator für reinen Dampf (Turbinenkondensator)	3500
Kleine Rohrschlangenkondensatoren für reinen Dampf	1200
Rohrschlangenkondensator mit geringem Gasanteil (ca. 5 % am Austritt)	800
Rohrschlangenkondensator mit hohem Gasanteil (ca. 30 % am Austritt)	400

vorhanden ist. Beim Kauf einer Anlage ist es daher notwendig die vorliegenden Angebote hinsichtlich der kalkulierten Wärmeaustauschfläche zu vergleichen, da diese natürlich den Preis bestimmt.

1.4 Kühlmittel

Zur Kühlung von Kondensatoren wird überwiegend Kühlwasser benutzt. Die Verwendung von Rückkühlwasser nimmt dabei – bedingt durch die Kosten für Frischwasser – ständig zu. Während die jahreszeitliche Schwankung der Frischwassertemperatur meist gering ist, können bei Verwendung von Rückkühlwasser im Hochsommer Zulauftemperaturen $\vartheta_{K,e} > 25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ auftreten, wobei bei zu hoher Kühlwassertemperatur die Gefahr einer Überschreitung der Dampfverträglichkeit der nachgeschalteten Vakuumpumpe besteht (siehe Abschn. 3.1).

Für Sonderfälle werden auch andere Kühlmittel verwendet. Bei der Kondensation von Stoffen mit hohem Schmelzpunkt und bei der Trennung von Dampfgemischen durch Teilkondensation werden Kühlmittel mit erhöhter Temperatur, z. B. Warmwasser, benutzt. Zum Erreichen besonders niedriger Dampfdrücke oder zur Lösungsmittelrückgewinnung wird durch Kältemaschinen gekühltes Wasser mit einer Temperatur knapp über dem Erstarrungspunkt (z. B. $\vartheta_K \approx 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$) eingesetzt. Tiefgekühlte Sole (z. B. $\vartheta_K \approx -35 \text{ }^{\circ}\text{C}$) wird zur Kühlung von Eiskondensatoren, zur Lösungsmittelkondensation und zum Betrieb von Schutzkondensatoren vor Vakuumpumpen angewandt. Eiskondensatoren, Kondensatoren zur Lösungsmittelkondensation und zur restlosen Kondensation hochwertiger Stoffe sowie Kondensatoren zum Schutz von Vakuumpumpen werden auch durch direkt eingespritztes und verdampftes Kältemittel ($\vartheta_K \approx -20 \text{ }^{\circ}\text{C} \text{--} 100 \text{ }^{\circ}\text{C}$) gekühlt.

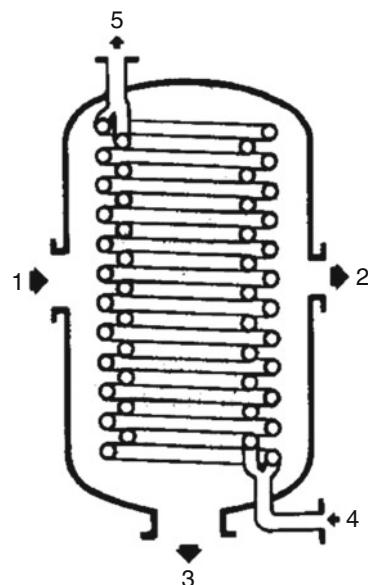
Alle diese Sonderaufgaben mit vom Normalfall abweichenden Kondensationsbedingungen auf der Dampf- und Kühlmittelseite erfordern eine gesonderte Berechnung unter Beachtung der geänderten Bedingungen.

2 Bauarten von Kondensatoren

2.1 Oberflächenkondensatoren für Flüssigkeitskondensation

In der Vakuumtechnik sind Oberflächenkondensatoren für Flüssigkondensation die Regel. Dabei wird die Kondensationsfläche meist durch Rohre gebildet, in denen das Kühlmittel (normalerweise Kühlwasser) mit Geschwindigkeiten von $0,4 \text{ m/s}$ bis 2 m/s fließt. Der Dampf strömt meist um die Rohre, weil hier einfacher genügend weite Querschnitte für das große Volumen des mit kleinem Druck anfallenden Dampfes geschaffen werden können. Als Beispiel für einen solchen Kondensatortyp zeigt Abb. 9 einen Rohrschlangenkondensator. Für Kondensationsflächen bis zu einigen m^2 ist dieser Typ in der Vakuumtechnik weit verbreitet. Er ermöglicht gleichzeitig hohe Kühlwassergeschwindigkeiten, große Dampfquerschnitte und – durch das Fehlen vieler Verbindungen – eine sehr gute Dichtheit auch bei langer Betriebszeit.

Abb. 9 Rohrschlangenkondensator: 1 Dampfeintritt; 2 Restgasaustritt; 3 Kondensataustritt; 4 Kühlmitteleintritt; 5 Kühlmittelaustritt



Rohrbündelkondensatoren können leicht mit großen Kondensationsflächen hergestellt werden [6]. Sie zeichnen sich durch gute Ausnutzung des Kondensatorraumes aus, erlauben einen großen Kühlmitteldurchsatz durch Parallelschaltung der Rohre und können nach Abnehmen der Köpfe leicht auf der Rohrinnenseite gereinigt werden. Abb. 10 zeigt einen horizontalen Röhrenkondensator mit festem Rohrbündel, bei dem die Kondensation um die Röhre stattfindet und das Kühlwasser in den Röhren strömt. Ein Mangel dieser Bauart ist die schlechte Reinigungsmöglichkeit des Kondensatorraumes.

Abb. 11 stellt ebenfalls einen Oberflächenkondensator mit festem vertikalem Rohrbündel dar, bei dem aber zur besseren Reinigungsmöglichkeit der Dampf im Inneren der Röhre kondensiert, während das Kühlwasser um die Röhre geführt wird. Schlechte Reinigungsmöglichkeit besteht hier natürlich auf der Kühlwasserseite. Bei dieser Ausführung treten die Dämpfe mit großer Geschwindigkeit in die Röhre ein; dies bewirkt eine gute Verteilung und einen dünnen Kondensatfilm. Es muss aber darauf geachtet werden, am Rohreintritt nicht die Schallgeschwindigkeit zu erreichen. Es ist auch zu erkennen, wie durch Umlenkbleche die Strömungsgeschwindigkeit des Kühlmittels erhöht wird, um den Wärmeübergang zu verbessern.

Auch Konstruktionen mit so genanntem schwimmenden Kopf (floating head) und ausziehbarem Rohrbündel (Abb. 12), bei denen dann auch der Mantelraum gereinigt werden kann sind möglich und werden vor allem in der Chemischen und der Mineralölindustrie eingesetzt. Bei dieser Bauart bestehen gute Reinigungsmöglichkeiten sowohl auf der Dampf- als auch auf der Kühlmittelseite.

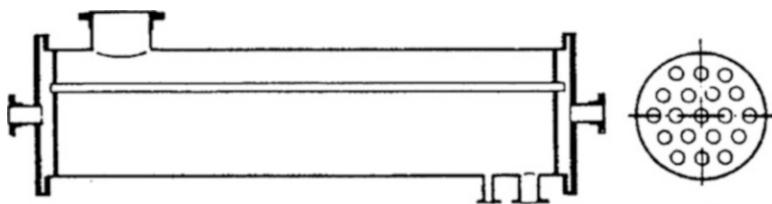
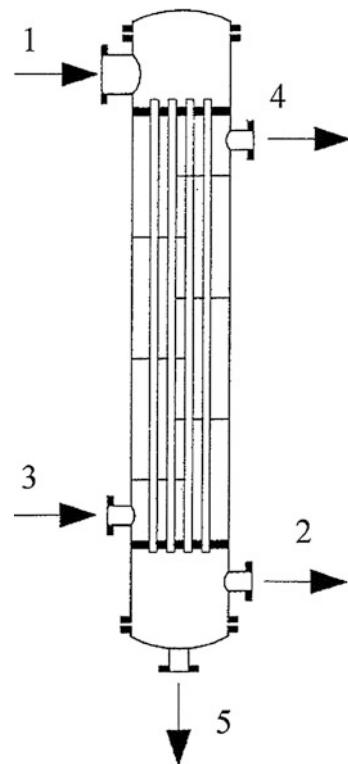


Abb. 10 Rohrbündeloberflächenkondensator mit festem Rohrbündel. Kühlwasser strömt durch die Rohre, Dampf im Mantelraum

Abb. 11 Oberflächenkondensator mit festem Rohrbündel. Kondensation in den Rohren, Kühlwasser um die Rohre. 1 Dampfeintritt; 2 Restgasaustritt; 3 Kühlmitteleintritt; 4 Kühlmittelaustritt; 5 Kondensataustritt



Eine spezielle Ausführung von Oberflächenkondensatoren findet man in Dünn-schicht-Kurzwegverdampfern (Abb. 13), wo hochmolekulare Dämpfe von der Verdampferfläche her allseitig auf das Rohrbündel treffen und dabei die nicht kondensier-baren Anteile durch die Rohre hindurch verdrängen, die dann von der am Innenraum des Rohrbündels angeschlossenen Vakuumpumpe entfernt werden können.

Es gibt noch eine Vielzahl weiterer Bauarten von Oberflächenkondensatoren, von denen nur noch einige erwähnt werden sollen, wie z. B.: U-Rohr-Kondensatoren, Blockkondensatoren, Luftkondensatoren u. a. m., die alle auch als Vakuumkonden-satoren verwendet werden.

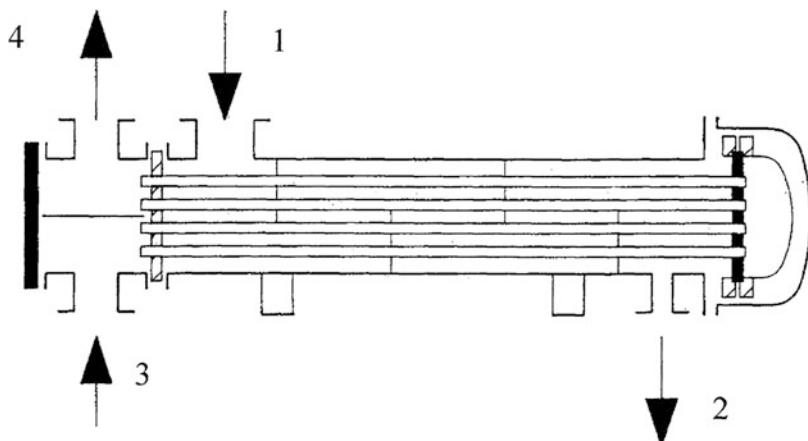
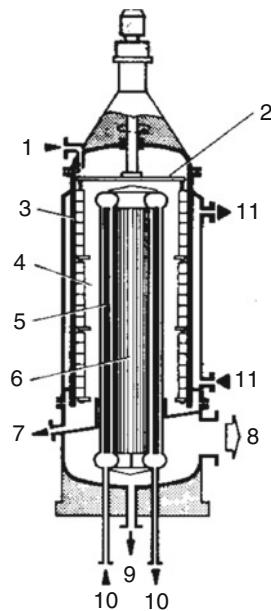


Abb. 12 Schwimmkopfkondensator mit ausziehbarem Rohrbündel: 1 Dampfeintritt; 2 Restgas- und Kondensataustritt; 3 Kühlmitteleintritt; 4 Kühlmittelaustritt

Abb. 13 Kurzwegdestillationskolonne:

- 1 Produkteintritt;
- 2 Verteileinrichtung;
- 3 Verdampferfläche;
- 4 Dampfraum;
- 5 Rohrbündelkondensator;
- 6 Restgasraum;
- 7 Rückstandsaustritt;
- 8 Restgasaustritt;
- 9 Destillationsaustritt;
- 10 Kühlmittelein- und -austritt;
- 11 Heizung durch Umlauf warmer Flüssigkeit



2.2 Mischkondensatoren

Bei Mischkondensatoren wird das Kühlmittel in direkten Kontakt mit den zu kondensierenden Dämpfen gebracht. Abb. 14 zeigt verschiedene Ausführungsformen von Mischkondensatoren. Diese besitzen oft Einbauten in Form von Kaskaden zur Vertei-

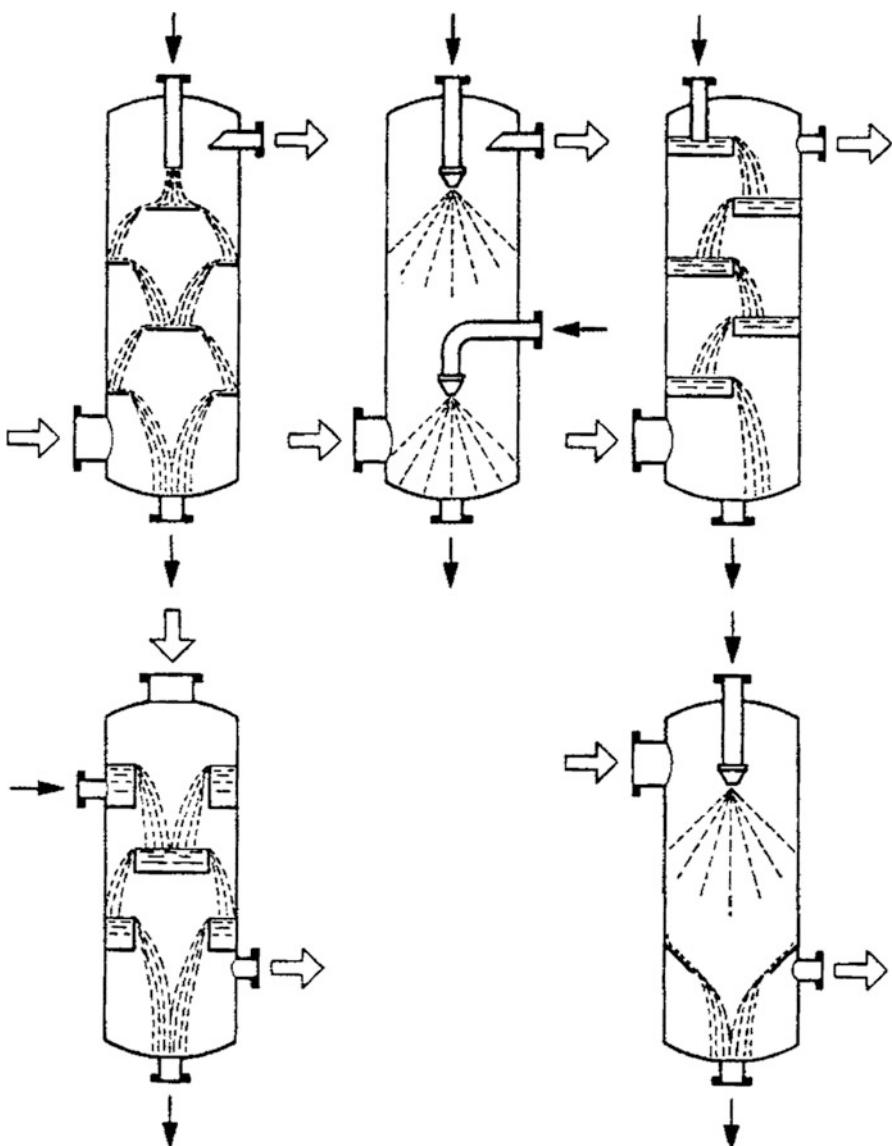


Abb. 14 Verschiedene Bauformen von Mischkondensatoren. *Obere Reihe:* Gegenstrom. *Untere Reihe:* Gleichstrom

lung des Kühlmittels, also zur Schaffung einer genügend großen Flüssigkeitsoberfläche. Bei den so genannten Einspritzkondensatoren erfolgt die Wasserverteilung durch Düsen.

Meistens werden Mischkondensatoren als Gegenstromkondensatoren gebaut. Es gibt aber auch Fälle, bei denen man Gleichstrom anwendet. Wenn z. B. das Inertgas-Dampf-Gemisch nicht zu weit unterkühlt werden darf, weil sonst Bestandteile eines mit

abgesaugten Produktes in fester Form ausfallen, kann das Gleichstromprinzip Vorteile bieten. Da bei Gleichstromkondensatoren der Dampf von oben nach unten strömt, also mit der Schwerkraft und in gleicher Richtung wie das Kühlmittel, können höhere Strömungsgeschwindigkeiten zugelassen werden; es genügen geringere Querschnitte.

Da aber bei Gleichstromkondensatoren das abzusaugende Gemisch zuletzt mit dem erwärmten Kühlmittel in Berührung kommt, ist die Austrittstemperatur höher als bei Gegenstromkondensatoren und es ist ein größerer Dampfanteil mit abzusaugen. Manchmal verwendet man auch für die Hauptkondensation einen Gleichstromkondensator, um möglichst geringe Abmessungen zu erhalten und für die Unterkühlung des abzusaugenden Gemisches einen nachgeschalteten Gegenstrom-Mischkondensator.

Vorteile der Mischkondensation sind der geringe Anschaffungspreis und die größtmögliche Ausnutzung des Kühlmittels. Man kann bei Mischkondensatoren das Kühlmittel fast bis an die Siedetemperatur des kondensierenden Dampfes erwärmen, ohne dass hierfür der Kondensator besonders groß sein muss. Dies liegt daran, dass beim direkten Wärmeübergang in solchen Kondensatoren die Wärmeübergangszahlen sehr hoch liegen. Daraus folgt auch ein kleinerer Kühlwasserbedarf als bei Oberflächenkondensatoren. Der größte Nachteil eines Mischkondensators liegt darin, dass sich das Dampfkondensat mit dem Kühlmittel vermischt, was nur im Fall unschädlicher und nicht mehr weiter zu verwendender Kondensate tolerierbar ist.

Ein weiterer Vorteil von Mischkondensatoren ist ihre Unempfindlichkeit gegen Verschmutzungen. Wenn das Dampfkondensat mit dem Kühlwasser nicht vermischt werden darf, wegen der Verschmutzungsgefahr jedoch Oberflächenkondensation nicht anwendbar ist, so findet man gelegentlich Mischkondensatoren, in denen als Kühlmittel das Dampfkondensat selbst verwendet wird (in dem sich oft die Verunreinigungen lösen).

Dieses Kondensat wird über einen Oberflächenwärmetauscher mit Hilfe von Kühlwasser zurückgekühlt und im Kreislauf gefahren. Der Überlauf aus diesem Kreislauf enthält dann die anfallenden Verunreinigungen in gelöster Form und kann aufbereitet und dem Prozess wieder zugeführt werden.

Die Unempfindlichkeit von Mischkondensatoren gegenüber Verschmutzung hängt damit zusammen, dass relativ große Flüssigkeitsmengen die Wände und Einbauten bespülen. Diese Eigenschaft kann noch durch geeignete Konstruktion verbessert werden, indem ein Mischkondensator so gebaut wird, dass im Inneren keine Stelle trocken bleibt. Die Erfahrung hat gezeigt, dass Verkrustungen vor allem dort auftreten, wo keine Flüssigkeitsbenetzung stattfindet.

2.3 Kondensataustrag

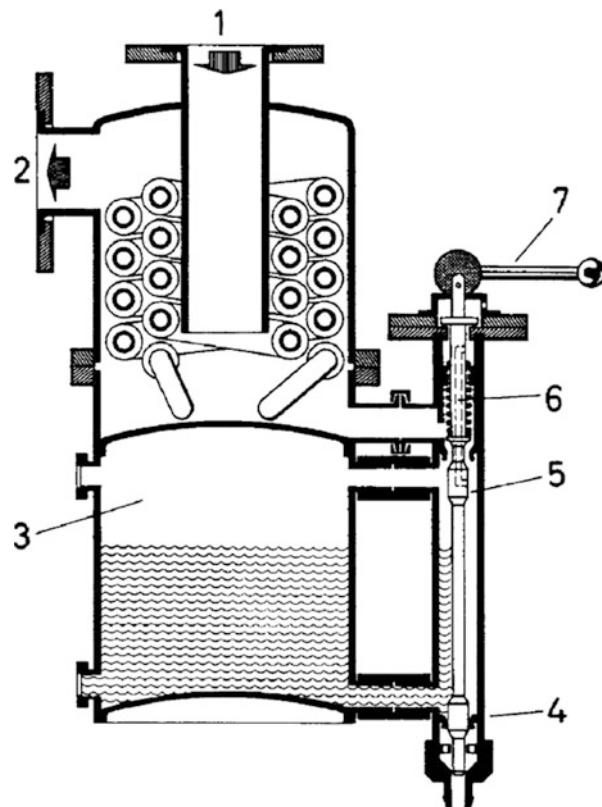
Der Kondensataustrag, d. h. bei Kondensation unter Vakuum der Transport des angefallenen Kondensates aus der Vakuumanlage, geschieht bei kleinem Kondensatanfall und bei Chargenprozessen diskontinuierlich. Die einfachste Art des Kondensatsammlers ist eine große Vorlage, die die Kondensatmenge einer Charge aufnehmen kann und danach abgelassen wird. Dabei kann die Kondensatmenge gemessen werden. Zur Sicherheit sollte ein Schwimmerschalter vorhanden sein, der bei maximalem Konden-

satzstand in der Vorlage ein Warnsignal auslöst. Für das Ablassen des Kondensates während des Vakuumbetriebes sind drei Ventile notwendig: Absperrventil zwischen Kondensator und Vorlage, Belüftungsventil und Ablassventil. Abb. 15 zeigt eine bewährte Konstruktion. Es ist hierbei darauf zu achten, dass der „Luftschluck“, der nach Beendigung der Kondensatentleerung durch das Wiederevakuieren des Sammelgefäßes in die Vakuumanlage einströmt, möglichst gering bleibt.

Bei kontinuierlichen Verfahren mit größerem Kondensatanfall wird die Austragung mit einer geeigneten Pumpe durchgeführt. Bei sehr gleichmäßigem Kondensatanfall wird diese Pumpe auf die erforderliche Pumpleistung eingeregelt und zur Pufferung in der Saugleitung ein Zwischensammler vorgesehen. Bei ungleichmäßigem Kondensatanfall muss die Förderpumpe für den Spitzenbedarf ausgelegt werden; die Schwankungen des Kondensatstroms werden durch ein vom Flüssigkeitsstand im Zwischensammler gesteuertes Regelventil in einer Umwegleitung kompensiert.

Eine sehr beliebte Art der Kondensataustragung ist die barometrische Ausschleusung. Hierzu muss im Falle von Wasser als Kondensat eine Höhdifferenz von mindestens 10 m zur Verfügung stehen. Diese Wassersäule entspricht dem Atmosphärendruck von 1000 mbar, so dass auf diese Art Kondensat ohne Zuhilfenahme

Abb. 15 Kondensat-Schnellentleerung:
 1 Dampfeintritt;
 2 Restgasaustritt;
 3 Kondensat-Sammelvorlage;
 4 Kondensatdurchgangsventil; 6 Belüftungsbohrung,
 7 Betätigung der
 Ventilkombination



einer Pumpe aus einer Vakuumanlage in einen Sammelbehälter ausfließen kann. Besonders bei Verwendung von Mischkondensatoren, bei denen außer dem Kondensat, die normalerweise etwa 60-mal größere Kühlwassermenge ausgetragen werden muss, hat sich diese Austragsart bewährt.

2.4 Oberflächenkondensatoren für Feststoffkondensation

Fallen bei einem Vakuumprozess bei einem Druck unterhalb des Tripelpunktes Dämpfe an, so lassen sich diese, ohne vorherige Druckerhöhung, nur in fester Form kondensieren. Für diese Desublimation der Dämpfe verwendet man Wechselkondensatoren, von denen einer immer mit dem Produkt beladen wird, während man den anderen abschmilzt.

Dieses Verfahren setzt natürlich ein geeignetes Kühlmittel voraus, meist Sole oder verdampfendes Kältemittel einer Kälteanlage. Bei der Gefriertrocknung werden z. B. Eiskondensatoren (Abb. 16) eingesetzt, weil dort Wasserdampf aus dem gefrorenen Gut bei Temperaturen von ca. -20°C entfernt werden muss, der dann bei ca. 1 mbar in Form von Eis kondensiert wird.

3 Integration von Kondensatoren in Vakuumsysteme

3.1 Kondensatoren in Kombination mit Vakuumpumpen

Wie schon in Abschn. 1.3 erläutert ist zum Erzeugen und Aufrechthalten des Vakuums in einem Kondensator eine nachgeschaltete Vakuumpumpe notwendig, die in ihrer Leistung auf die aus dem Kondensator abzusaugenden Massenströme und Drücke abgestimmt sein muss. Unabhängig von der Kondensatorbauart ist ein mit

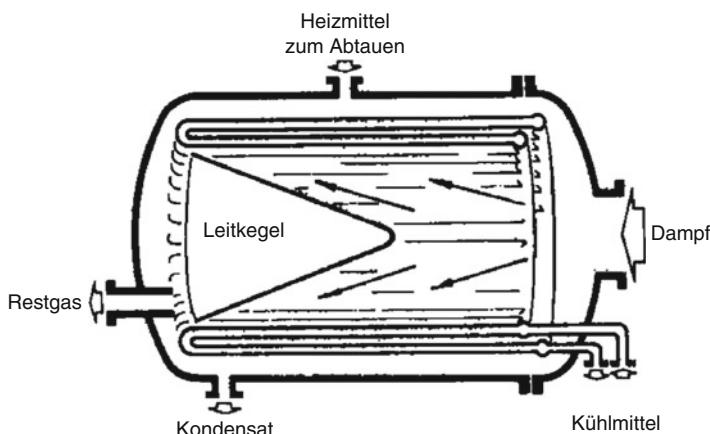


Abb. 16 Eiskondensator

den kondensierenden Dämpfen gesättigtes Inertgas-Dampf-Gemisch abzusaugen. Handelt es sich nur um eine Dampfart, so lässt sich der Sättigungsstrom errechnen nach der Gleichung

$$\dot{m}_D = \dot{m}_I \cdot \frac{M_D}{M_I} \cdot \frac{p_D}{p_I} \quad (6)$$

Dabei ist M das Molekulargewicht, p der Partialdruck und \dot{m} der Massenstrom, jeweils der Dampf- bzw. Inertgasphase. Ein Beispiel soll veranschaulichen, welchen Einfluss auf die Spezifikation der Vakuumpumpe hierbei die Kondensationsbedingungen spielen:

Beispiel 1

Es sei Wasserdampf zu kondensieren bei einem Vakuum von 60 mbar. Hierzu gehört eine Sattdampfttemperatur von 36 °C. Der zu kondensierende Dampfstrom enthalte 10 kg/h Luft. Der Kondensator soll geeignet sein, die Luft und den enthaltenen Dampfanteil auf 30 °C zu kühlen. Die Frage ist nun, wie viel Dampf/Luft-Gemisch eine Vakuumpumpe noch abzusaugen hat. Der Wasserdampfpartialdruck bei einem gesättigten Gemisch mit 30 °C beträgt $p_s = 42,4$ mbar (= Sattdampfdruck bei 30 °C). Der Partialdruck des Inertgases ist dann die Differenz aus dem Gesamtdruck und dem Wasserdampfpartialdruck, also $p_I = 60 \text{ mbar} - 42,4 \text{ mbar} = 17,6 \text{ mbar}$.

Damit errechnet sich der Sättigungsstrom an Wasserdampf nach Gl. 6 zu

$$\dot{m}_D = 10 \text{ kg/h} \cdot \frac{18}{29} \cdot \frac{42,4}{17,6} = 15 \text{ kg/h}$$

Dies bedeutet, die Vakuumpumpe muss außer den 10 kg/h Luft auch noch 15 kg/h Wasserdampf aus 60 mbar absaugen.

Wie man aus obigem Beispiel ersieht, sind die Sättigungsdampfströme im Vakuum recht beträchtlich. Wie wichtig eine gute Kühlung des aus einem Kondensator austretenden Stromes ist, erkennt man daran, dass für das obige Beispiel eine Absenkung der Austrittstemperatur von 30 °C auf 25 °C eine Reduzierung des Wasserdampfanteils auf nur noch 7 kg/h bedeuten würde.

So einfach wie in diesem Beispiel liegen die Verhältnisse natürlich nicht immer. Man denke daran, dass meist Gemische von Dämpfen kondensiert werden, bei denen die einzelnen Komponenten unterschiedliche Dampfdruckkurven besitzen. Die Komponenten können dabei ineinander vollkommen löslich, teilweise löslich oder unlöslich sein. Für das zuvor genannte Beispiel eines Gemisches aus Wasser und Luft ergeben sich auch einfache Verhältnisse, weil in der flüssigen Phase nur eine Komponente enthalten ist. Für ein Gemisch mit mehreren Komponenten muss der Gleichgewichtszustand, d. h. der Mol- bzw. Massenanteil der verschiedenen Komponenten in Gas und Flüssigkeit, aus entsprechenden Gleichungssystemen bestimmt werden. Für die Gasphase gilt weiterhin, dass

die Summe der Partialdrücke den Totaldruck ergibt (Daltonsches Gesetz) und es gilt die Beziehung

$$p_i = y_i p \quad (7)$$

mit p_i = Partialdruck der Komponente i , y_i = Molanteil der Komponente i in der Gasphase und p = Gesamtdruck. Den Zusammenhang mit der flüssigen Phase erhält man für eine ideale Lösung über die Gleichung,

$$p_i = x_i p_{si} \quad (8)$$

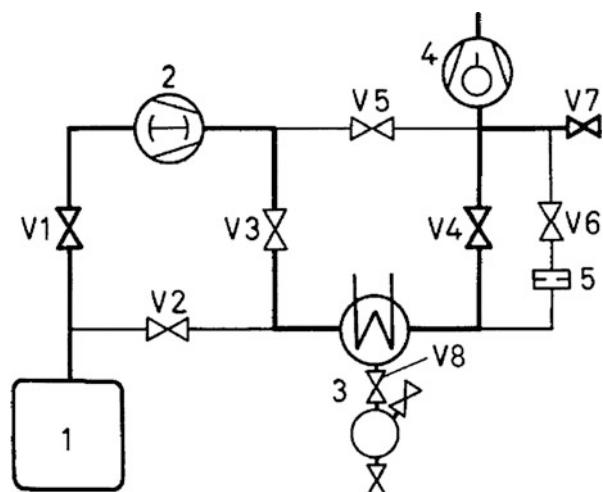
mit x_i = Molanteil der Komponente i in der flüssigen Phase und p_{si} = Dampfdruck der reinen Komponente i . Aus den Gl. 7 und 8 lässt sich leicht für das System Wasserdampf-Luft die obige Gl. 6 ableiten, wenn man die Löslichkeit von Luft in Wasser vernachlässigt und den Molanteil des Wassers in der flüssigen Phase $x_{\text{H}_2\text{O}} = 1$ setzt. Falls mehr als eine Komponente in der flüssigen Phase enthalten ist, müssen die Gl. 7 und 8 iterativ gelöst werden.

Ein Beispiel für den Einsatz von Kondensatoren in einer diskontinuierlichen Vakuum-Trocknungsanlage zeigt Abb. 17. Bei einem solchen Pumpsatz für Chargenbetrieb muss die Vakuumpumpe drei Bedingungen erfüllen: Sie muss erstens die Anfangsevakuierung (Grobtrocknung) in einer Zeit durchführen, die im richtigen Verhältnis zur gesamten Chargenzeit steht; zweitens muss der Gaspartialdruck während der Kondensation ausreichend niedrig gehalten werden und drittens muss die Vakuumpumpe ein ausreichendes Saugvermögen für die meist anschließende Feintrocknung bei niedrigem Druck erbringen, eventuell in Verbindung mit einer vorgeschalteten Wälzkolbenpumpe. Meistens wird die Größe der Vakuumpumpe durch die erste oder letzte Forderung bestimmt.

Damit ist sie zum Absaugen der Gase aus dem Kondensator zu groß und würde große Dampfanteile mit ansaugen. Sie muss daher gedrosselt werden, wenn Wert auf

Abb. 17 Schema eines Vakuumpumpsatzes für Chargenbetrieb:

- 1 Vakuumbehälter (z. B. Trockenschrank);
- 2 Wälzkolbenvakuumpumpe;
- 3 Kondensator mit Kondensataustrag; 4 Sperrschiebervakuumpumpe;
- 5 Drosselblende; V1 bis V8 Absperrventile. Fett ausgezogen: Normalausrüstung des Pumpsatzes



die Rückgewinnung des Kondensates gelegt wird. Der Kondensator soll so ausgelegt werden, dass der Dampfpartialdruck $p_{s,a}$ am Ausgang die Dampfverträglichkeit der Vakuumpumpe nicht übersteigt. Bei einem Dampfpartialdruck $p_{s,a}$ am Kondensatorausgang, der die Dampfverträglichkeit der Vakuumpumpe überschreitet, kann durch das Ventil V6 eine Drosselblende eingeschaltet werden (das parallel geschaltete Ventil V4 wird dabei geschlossen). Sie bewirkt, dass sich der Gaspartialdruck $p_{s,a}$ am Kondensatorausgang erhöht.

Im weiteren Verlauf des Trocknungsprozesses (Feintrocknung) sinkt der Dampfpartialdruck p_s unter den der Kühlmitteltemperatur $T_{K,e}$ entsprechenden Sättigungsdruck ab. Das Kondensatsammelgefäß wird dann durch Schließen des Ventils V8 abgesperrt, um ein Rückverdampfen von Kondensat zu vermeiden. Da die Vakuumpumpe auch bei abgesperrtem Kondensatsammelgefäß ca. eine Stunde benötigt, um die Flüssigkeitsreste aus dem Kondensator abzupumpen, muss für Kurzzeit-Trockenprozesse der ganze Kondensator durch die Ventile V3 und V4 abgesperrt und durch Ventil V5 überbrückt werden.

In seltenen Fällen kann der Dampfanfall während des Beginns der Trocknung (Grobtrocknung) so groß sein, dass die für die Nachtrocknung ausgelegte Wälzkolbenpumpe – die normalerweise von Anfang an mitpumpt – zu klein ist: dann ist eine zusätzliche Umwiegleitung mit Ventil V2 vorzusehen; die Ventile V1 und V3 sperren die Wälzkolbenpumpe in dieser Zeit ab.

Bei kontinuierlichen Prozessen werden die den Kondensatoren nachgeschalteten Vakuumpumpen entsprechend den anfallenden maximalen Gasströmen ausgelegt. Diese Gase müssen bei Gaspartialdrücken $p_{l,a}$ am Ausgang der Kondensatoren abgepumpt werden, die einen guten Betrieb der Kondensatoren ermöglichen. Der Gaspartialdruck soll hier je nach der Problemstellung 5 %–50 % des Totaldrucks betragen. Kleine Gaspartialdrücke werden gewählt, wenn in Hauptkondensatoren Prozessdämpfe niedergeschlagen werden, während Zwischenkondensatoren zur Entlastung der nachfolgenden Vakuumpumpen die nichtkondensierbaren Anteile möglichst weitgehend verdichten sollen und damit hohe Gaspartialdrücke gefordert werden.

Der Kondensator übernimmt dabei – eventuell nach Vorverdichtung des Dampfes – das Niederschlagen der Hauptdampfmenge. Er soll so ausgelegt werden, dass der Dampfpartialdruck $p_{s,a}$ am Ausgang des Kondensators bei allen vorkommenden Betriebsfällen kleiner ist als die Dampfverträglichkeit der Vakuumpumpe.

Ein anderes Beispiel für die Kombination von Vakuumpumpen und Kondensatoren ist in Abb. 18 dargestellt. Es handelt sich dabei um eine mehrstufige Dampfstrahl- Vakuumpumpe, wie sie z. B. in der Chemischen Industrie zur Vakuumerzeugung in Destillationskolonnen eingesetzt wird. Der Saugstrom soll hier aus einem Druck von ca. 1 mbar angesaugt und bis auf Atmosphärendruck verdichtet werden. Da das maximale Verdichtungsverhältnis einer Strahlpumpenstufe hierfür nicht ausreicht, sind mehrstufige Anlagen notwendig. Dabei wird, soweit dies möglich ist, nach einer Stufe kondensiert, um die nachfolgende Stufe möglichst weitgehend zu entlasten und damit auch kleiner und mit geringerem Treibmittelverbrauch ausführen zu können.

Da der Druck nach der ersten Stufe bei ca. 10 mbar liegt, ist eine Kondensation hier mit den üblichen Kühlwassertemperaturen noch nicht möglich. Erst nach der

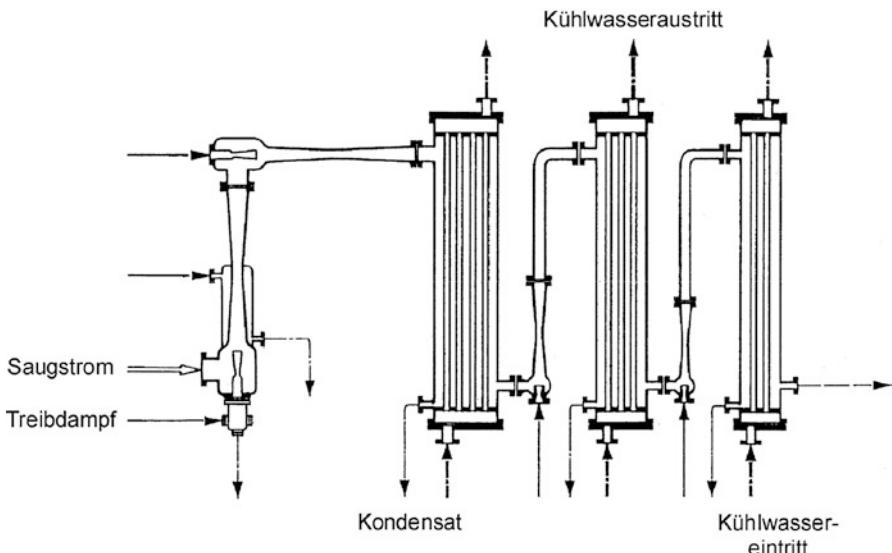


Abb. 18 Mehrstufige Dampfstrahl-Vakuumpumpe mit Zwischenkondensatoren (von links: 2 Vorstufen mit nachfolgendem Hauptkondensator und zwei Entlüftungsstufen mit jeweils einem nachgeschalteten Kondensator)

zweiten Stufe – bei ca. 60 mbar – kann dann kondensiert werden. Die nicht kondensierbaren Stoffe werden dann zusammen mit den anhaftenden Dampfanteilen von der dritten Strahlpumpenstufe angesaugt. Die weiteren Kondensatoren arbeiten dann bei ca. 300 mbar und bei atmosphärischem Druck.

3.2 Regelung

Bei einer Kondensationsanlage hängt das sich einstellende Vakuum von mehreren Faktoren ab: vom Dampfstrom, vom Inertgasanteil, von der Verschmutzung des Kondensators, von der Zusammensetzung des Dampfes (falls mehrere Komponenten vorhanden sind), vom Kühlwasserstrom und von der Kühlwassertemperatur. Dies sind die Eingangsgrößen, die sich bei einer vorhandenen Anlage variieren lassen. Wärmeaustauschfläche, Bauart des Kondensators, Größe der Vakuumpumpe u. a. m. sind gegeben und lassen sich im Allgemeinen nicht kurzfristig ändern.

Wird eine Regelung benötigt, um z. B. den Vakuumdruck konstant zu halten, sollte man zuerst überlegen, welche Größen sich ändern und damit das Vakuum beeinflussen werden. Dann ist zu überlegen, wie man diese Größen konstant halten kann und, wenn dies nicht möglich ist, sollte man die geeignete Größe suchen, mit der man Änderungen der variablen Eingangsgrößen am besten begegnet. Meistens ist der Kühlwasserstrom die geeignete Größe. Ganz allgemein gesagt, kann man das Vakuum durch Verändern der Kondensationsbedingungen beeinflussen. Man sollte natürlich möglichst die Variable ändern, die den stärksten Einfluss auf die Konden-

sationsbedingungen hat. Auch die Zugabe von Ballastluft als Gasballast verändert die Kondensationsbedingungen. Sie darf aber nur in den Grenzen variiert werden, in denen die Vakuumpumpe in der Lage ist, diese Luftmenge vernünftig abzusaugen.

4 Berechnungsbeispiele

Beispiel 2

Bei einem Trocknungsprozess entsteht bei einem Druck von $p = 35$ mbar (was eine Sättigungstemperatur $T_s = 27^\circ\text{C}$ bedeutet) ein Dampfanfall von $\dot{m}_D = 50$ kg/h Wasserdampf, die zu kondensieren sind. Mit einer Kondensationsenthalpie von 2439 kJ/kg [4] bedeutet dies eine abzuführende Wärme von 33,8 kW. Als Kühlmedium steht Frischwasser mit $T_{K,e} = 12^\circ\text{C}$ zur Verfügung, das sich auf $T_{K,a} = 22^\circ\text{C}$ erwärmen soll. Die mittlere Temperaturdifferenz ergibt sich somit nach Gl. 4 zu

$$\Delta T_m = \frac{(27 - 12) + (27 - 22)}{2} \text{ K} = 10 \text{ K}$$

Bei einem Wärmedurchgangskoeffizienten von $k = 1200 \text{ W}/(\text{m}^2 \text{ K})$ folgt damit mit Gl. 1 die notwendige Kondensationsfläche

$$A = \frac{33800 \text{ W}}{10 \text{ K} \cdot 1200 \frac{\text{W}}{\text{m}^2 \text{ K}}} = 2,8 \text{ m}^2$$

Turbinenkondensator Entlüftung 3

Dampfturbinen sind mit Großkondensatoren ausgerüstet, in denen der in der Niederdruckstufe bis zu Drücken von 10 mbar–100 mbar entspannte Arbeitsdampf niedergeschlagen wird. Diesen Großkondensatoren werden Vakuumpumpsätze nachgeschaltet, die die Leckluft der Anlagen absaugen. Hierzu gehört dann auch ein kleinerer Kondensator, in dem zunächst ein Teil der mit der Leckluft abgezogenen Dampfmenge kondensiert wird. Wir nehmen an, dass ein Leckluftstrom von $\dot{m}_l = 5 \text{ kg/h}$ bei einem Totaldruck von $p = 100 \text{ mbar}$ abzusaugen ist. Bei einer Temperatur am Austritt des Großkondensators von 45°C , also einem Partialdruck des Wasserdampfes von $p_s = 95,8 \text{ mbar}$ [4]. Der Inertgaspartialdruck ergibt sich zu $p_l = 100 \text{ mbar} - 95,8 \text{ mbar} = 4,2 \text{ mbar}$. Damit kann nach Gl. 6 der mit der Luft abzuziehende Dampfmassenstrom bestimmt werden.

$$\dot{m}_D = 5 \text{ kg/h} \cdot \frac{18}{29} \cdot \frac{95,8}{4,2} = 70,8 \text{ kg/h}$$

Der Volumenstrom am Eintritt in den Kondensator (Saugvermögen S) beträgt (bei einem spezifischen Volumen von $15,28 \text{ m}^3/\text{kg}$ nach [4])

$$S = \dot{V} = 70,8 \text{ kg/h} \cdot 15,28 \text{ m}^3/\text{kg} = 1082 \text{ m}^3/\text{h}$$

Für den Kondensator werde Frischwasser von 12 °C verwendet, das sich auf 22 °C erwärmen soll. Es kann also ein Kondensator vorgesehen werden, mit dem eine Sättigungstemperatur am Ausgang von $T_{s,a} = 29$ °C erreicht wird. Dieser Temperatur entspricht [4] ein Dampfpartialdruck am Ausgang des Kondensators von $p_{s,a} = 40$ mbar. Schätzt man außerdem den Druckverlust im Kondensator mit $\Delta p = 10$ mbar ab, so beträgt der Luftpartialdruck an der Vakuumpumpe

$$p_{l,a} = p - \Delta p - p_{s,a} = 100 \text{ mbar} - 10 \text{ mbar} - 40 \text{ mbar} = 50 \text{ mbar}$$

Der mit der Luft von der Vakuumpumpe anzusaugende Dampfmassenstrom kann nach Gl. 6 bestimmt werden.

$$\dot{m}_D = 5 \text{ kg/h} \cdot \frac{18}{29} \cdot \frac{40}{50} = 2,5 \text{ kg/h}$$

Der Volumenstrom am Austritt des Kondensators beträgt (bei einem spezifischen Volumen von 34,74 m³/kg nach [4])

$$\dot{V} = 2,5 \text{ kg/h} \cdot 34,74 \text{ m}^3/\text{kg} = 87 \text{ m}^3/\text{h}$$

Die installierte Vakuumpumpe wird natürlich nicht genau dieses Saugvermögen aufweisen, sondern man wird aus dem Programm des Vakuumpumpenherstellers eine geeignete Pumpe mit einem etwas größeren als dem notwendigen Saugvermögen auswählen. Daher wird die abgesaugte Dampfmenge ansteigen. Bei einem Saugvermögen der Pumpe von z. B. 140 m³/h wird der Partialdruck der Luft $p_{l,a}$ von 50 mbar abnehmen auf

$$p_{l,a} = 50 \text{ mbar} \cdot \frac{87 \text{ m}^3/\text{h}}{140 \text{ m}^3/\text{h}} = 31 \text{ mbar}$$

Der Dampfpartialdruck steigt damit auf $p_{s,a} =$

$$p - \Delta p - p_{l,a} = 100 \text{ mbar} - 10 \text{ mbar} - 31 \text{ mbar} = 59 \text{ mbar}$$

Hierbei ist die Wasserdampfverträglichkeit der eingesetzten Pumpe zu berücksichtigen.

Die aus dem Kondensator abgesaugte Dampfmenge errechnet sich aus dem Volumenstrom von 140 m³/h und dem zum Dampfpartialdruck gehörenden spezifischen Volumen von 24,1 m³/kg [4].

$$\dot{m}_{D,a} = \frac{140 \text{ m}^3/\text{h}}{24,1 \text{ m}^3/\text{kg}} = 5,8 \text{ kg/h}$$

Die Differenz zwischen ein- und austretendem Dampfmassenstrom

$$\dot{m}_D = (70,8 - 5,8) \text{ kg/h} = 65 \text{ kg/h} = 0,01806 \text{ kg/s}$$

muss vom Kondensator niedergeschlagen werden. Der abzuführende Wärmestrom ist dann

$$\dot{Q} = \dot{m}_D \cdot r = 0,01806 \text{ kg/s} \cdot 2 \cdot 417 \text{ kJ/kg} = 43,7 \text{ kW}$$

Mit den oben genannten Kühlwassertemperaturen sowie den Sättigungstemperaturen $T_{s,e} = 45^\circ\text{C}$ (entsprechend dem Dampfpartialdruck $p_{s,e} = 95 \text{ mbar}$) und $T_{s,a} = 36^\circ\text{C}$ (entsprechend $p_{s,a} = 59 \text{ mbar}$) errechnet sich die mittlere Temperaturdifferenz nach Gl. 3

$$\Delta T_m = \frac{(45 - 12) - (35 - 22)}{\ln \frac{(45 - 12)}{(35 - 22)}} = 21,5 \text{ K}$$

Wird für diesen Fall mit hohem Luftanteil ein Wärmedurchgangskoeffizient von $k = 500 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ zugrunde gelegt, so ergibt sich nach Gl. 1 die Kondensationsfläche

$$A = \frac{43700 \text{ W}}{21,5 \text{ K} \cdot 500 \frac{\text{W}}{\text{m}^2 \text{K}}} = 4,1 \text{ m}^2$$

Es ist noch zu beachten, dass der angenommene Leckluftmassenstrom von 5 kg/h ein Maximalwert ist, der im Normalbetrieb wesentlich unterschritten werden kann. Damit wird dann der Gaspartialdruck am Eintritt in die Vakuumpumpe auch kleiner und der Wasserdampfpartialdruck muss entsprechend steigen. Wenn jetzt nicht das Saugvermögen der Vakuumpumpe dem Gasanfall entsprechend verkleinert oder der Gesamtdruck durch Drosselung gesenkt wird, kann die Wasserdampfverträglichkeit der Vakuumpumpe überschritten werden.

Literatur

1. VDI-Wärmeatlas, Abschnitt J, 10. Aufl. Springer-Verlag, Berlin (2006)
2. Billet, R.: Verdampfertechnik. Bibliographisches Institut, Mannheim (1965)
3. Gmehling, J., Onken, U., Arlt, W.: Dechema Chemical Data Series. Frankfurt (1977)
4. Schmidt, E.: VDI-Wasserdampftafeln. 7. Aufl. Oldenbourg-Verlag, München (1968)
5. Schlünder, E.U.: Einführung in die Stoffübertragung. Thieme Verlag, Stuttgart (1984)
6. Beitz, W., Küttner, K.: Dubbel – Taschenbuch für den Maschinenbau. Springer Verlag, Berlin (1990)



Treibmittelpumpen

18

Karl Jousten und Klaus Galda

Zusammenfassung

In diesem Kapitel werden Funktionsweise und Betriebscharakteristiken von Flüssigkeitsstrahl-, Dampfstrahl- und Diffusionspumpen beschrieben. Allen Pumpen gemeinsam ist das Prinzip, dass das zu pumpende Gas von einem Treibmittelstrahl erfasst und in eine bestimmte Richtung getrieben wird. Sie unterscheiden sich durch die Art der Durchmischung: Während bei den Strahlpumpen die Durchmischung in einer Grenzschicht des Treibstrahls bei viskoser Strömung erfolgt, erfolgt die Durchmischung in einer Diffusionspumpe in molekularer Strömung durch Diffusion.

1 Einleitung, Übersicht

Treibmittelpumpen werden dadurch definiert (DIN 28 400, Teil 2), dass in ihnen ein schnell bewegtes flüssiges, gas- oder dampfförmiges Medium (Treibmittel) zur Förderung des abzupumpenden Gases benutzt wird. Abb. 1 gibt eine allgemeine schematische Darstellung einer Treibmittelpumpe. Man erzeugt den Strahl mit der Geschwindigkeit v_2 durch Entspannen des Treibmittels vom Druck p_0 im Druckraum 1 auf den Druck p_2 im Strahl. Im Mischraum 3, in dem der Ansaugdruck p_A herrscht, mischt sich das abzupumpende Gas mit dem Treibmittelmedium. Hierdurch findet ein Impulsübertrag auf die abzupumpenden Gasteilchen statt und das Gas wird in Richtung des Treibmittels beschleunigt und in den Vorvakuumraum 4 befördert. Dort herrscht ein höherer Druck p_3 als p_2 im expandierten Strahl, so dass das vom Treibmittel beförderte Gas von der Vorvakuumseite entweder direkt

K. Jousten (✉) · K. Galda

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de; galda@koerting.de

oder durch eine weitere Vakuumpumpe (Vorpumpe) in die Atmosphäre gefördert werden kann.

Die Entspannung des Treibmittels in der Treibdüse 5 und im Mischraum 3 sowie der Druckanstieg in der Staudüse 6 erfolgen nach der in ► Abschn. 1 von Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“ abgeleiteten Bernoulli-Gleichung, der Gl. 5, für reibungsfreie Medien, dabei bedeuten v die Strahlgeschwindigkeit, p der statische Druck im Strahl, ρ die Dichte des Treibmittels im Strahl und p_0 der Druck im Druckraum ($v_0 = 0$).

$$v^2 = 2 \int_p^{p_0} \frac{dp}{\rho} \quad (1)$$

Die technische Ausführung der verschiedenen Treibmittelpumpen und die Funktionen im Einzelnen unterscheiden sich erheblich. Man teilt sie zunächst nach der physikalischen Art des Treibmittels ein:

- *Flüssigkeitsstrahl-Vakuumpumpen*
- *Gasstrahl-Vakuumpumpen*
- *Dampfstrahl-Vakuumpumpen*

Ein weiteres Merkmal ist der Arbeitsdruckbereich, denn der Arbeitsdruck beeinflusst die Ausbreitung des Strahls im Mischraum und den Durchmischungsvorgang von abgesaugtem Gas und Treibmittel. Wegen ihrer grundsätzlich verschiedenen Arbeitsweise unterscheidet man deshalb zwischen

1. *Strahlvakuumpumpen*, bei denen der Ansaugdruck p_A im Mischraum etwa gleich dem statischen Druck p_2 im Treibstrahl ist, und
2. *Diffusionspumpen*, bei denen der Ansaugdruck p_A im Mischraum wesentlich niedriger als der statische Druck p_2 im Treibstrahl ist.

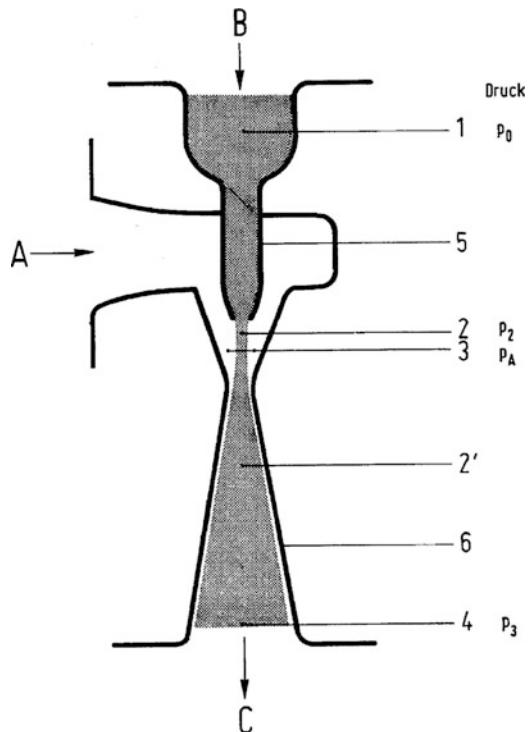
Bei den Strahlpumpen erfolgt die Durchmischung zwischen dem Treibmittel und dem zu pumpenden Gas vorzugsweise in einer turbulenten Grenzschicht des Treibstrahls. Bei den Diffusionspumpen erfolgt die Durchmischung durch Diffusion des abgesaugten Gases in den Treibstrahl.

Ein weiteres wesentliches Unterscheidungsmerkmal ist die mittlere freie Weglänge \bar{l} der Gasmoleküle am Eintrittsflansch der Pumpe. Bei der Strahlpumpe ist \bar{l} kleiner als der Ringspalt zwischen Treibdüse und Pumpwand (Abb. 1), so dass viskose Strömung vorherrscht, bei der Diffusionspumpe ist \bar{l} größer als der Ringspalt, so dass molekulare Strömung vorherrscht.

In der folgenden Darstellung wird das Schwergewicht auf diejenigen Pumparten gelegt, die die größte Bedeutung in der Vakuumtechnik, besonders im Hochvakumbereich, haben.

Die Vorgänge in Treibmittelpumpen sind recht kompliziert, weshalb die meist stark vereinfachenden Theorien nur in einzelnen Fällen eine quantitative Überein-

Abb. 1 Schema einer Treibmittel-Vakuumpumpe:
 1 Druckraum (Druck p_0);
 2 und 2' Treibmittelstrahl;
 3 Mischraum (Druck im Strahl p_2); 4 Kompressionsraum
 (Druck p_3); 5 Treibdüse;
 6 Staudüse;
 B Treibmittelan schluss;
 A Vakuumanschluss
 (Ansaugdruck p_A);
 C Vorvakuumanschluss
 (Druck p_V)



stimmung mit dem Experiment geben. Es sollen die wichtigsten Ergebnisse dargestellt werden, die dem Anwender helfen können, in der Praxis sinnvoll zu handeln.

2 Flüssigkeitsstrahlpumpen

Treibmittelpumpen mit flüssigem Treibmedium werden in einer Fülle von Anwendungen zum Mischen und Fördern von Flüssigkeiten oder auch Feststoffen im industriellen Maßstab eingesetzt. Zur Vakuumerzeugung wird diese Strahlpumpenart, am bekanntesten in Form der Wasserstrahl-Vakuumpumpe, zum Fördern und Verdichten von Gasen und Dämpfen mit Hilfe eines flüssigen Treibmediums eingesetzt. Dabei können Dämpfe – den Druck- und Temperaturverhältnissen entsprechend – teilweise oder vollständig kondensiert werden.

Im Prinzip kann jede Flüssigkeit als Treibmedium verwendet werden, wobei für eine Auslegung die physikalischen Eigenschaften wie Dichte, Viskosität und Siedeverhalten bekannt sein müssen.

Beispiel 1

Berechne die Geschwindigkeit des Strahls in einer Wasserstrahlpumpe (Abb. 1). Das Leitungswasser, in dem der Druck $p_0 = 5$ bar herrsche, werde bis auf den

Druck $p_2 = 0,03$ bar im Mischraum entspannt. Da die Dichte von Wasser in sehr guter Näherung druckunabhängig ist, lässt sich die Bernoulli-Gleichung Gl. 1 schreiben:

$$v_2 = \frac{2(p_0 - p_2)}{\rho}$$

Mit der Dichte des Wassers $\rho = 1000 \text{ kg/m}^3$ ergibt sich die Strahlgeschwindigkeit $v_2 = 32 \text{ m/s}$.

Um zu vermeiden, dass die Treibflüssigkeit am Austritt einer Flüssigkeitstrahlpumpe für eine weitere Verwendung verloren geht, wird in vielen Fällen ein geschlossener Treibflüssigkeitskreislauf realisiert. Die Flüssigkeit wird hierbei nach der Strahlpumpe in einen Abscheider zur Trennung von Flüssigkeit und Gas geführt, um dann über eine Umwälzpumpe erneut als Treibflüssigkeit eingesetzt zu werden. Da sich die Kreislaufflüssigkeit bei dieser Betriebsart durch Einbringen der Pumpenleistung und eventuelle Kondensation von Saugstromkomponenten zwangsläufig erwärmt, ist die Installation eines Wärmetauschers zur Rückkühlung der Flüssigkeit im Kreislauf notwendig.

Der erreichbare kleinste End- und Saugdruck wird im Wesentlichen durch den Dampfdruck der Treibflüssigkeit bei Betriebstemperatur begrenzt. So kann zum Beispiel mit einer Wasserstrahl-Vakumpumpe bei einer Treibwassertemperatur von 20°C ein absoluter Saugdruck von 23 hPa nicht unterschritten werden. Wird dagegen eine Treibflüssigkeit mit einem vernachlässigbaren Dampfdruck verwendet, z. B. Öl, so kann ein Enddruck bis zu 4 hPa erreicht werden.

Als Gegendruck (Auslassdruck) herrscht normalerweise atmosphärischer Druck, es kann aber auch gegen erhöhten Gegendruck gefördert werden. Der erreichbare Gegendruck und der dazu erforderliche Treibmittelstrom sind im Wesentlichen vom Vordruck der Treibflüssigkeit abhängig. Je höher der Treibdruck, desto geringer ist der Treibmittelverbrauch. In Abb. 2 ist der Treibmittelverbrauch für verschiedene Treibdrücke abzulesen.

Um eine optimale Förderleistung zu erreichen, ist eine intensive Durchmischung des Flüssigkeitsstrahles mit dem abzusaugenden Gas erforderlich. Dies wird erreicht durch Einbau eines Drallkörpers in die Treibdüse, durch den ein Aufreißen des Flüssigkeitsstrahls am Austritt der Treibdüse bewirkt wird. Die so erzeugten Strömungsvorgänge in einer Wasserstrahlpumpe sind außerordentlich komplex. Daher ist bis heute die Auslegung ausschließlich auf Basis empirischer Untersuchungen möglich.

Da die Förderleistung einer Flüssigkeitsstrahl-Vakumpumpe bei hohem Saugdruck ein Vielfaches des Wertes bei Endvakuum beträgt, ist diese Pumpe besonders für Anfahr-Evakuierungen von Vakumanlagen geeignet. Typische Anwendungen sind:

- Anfahrevakuierung von Saugleitungen großer Kreiselpumpen
- verschiedene Vakuumprozesse in der chemischen Industrie
- Entlüftung von Turbinenkondensatoren in Kraftwerken

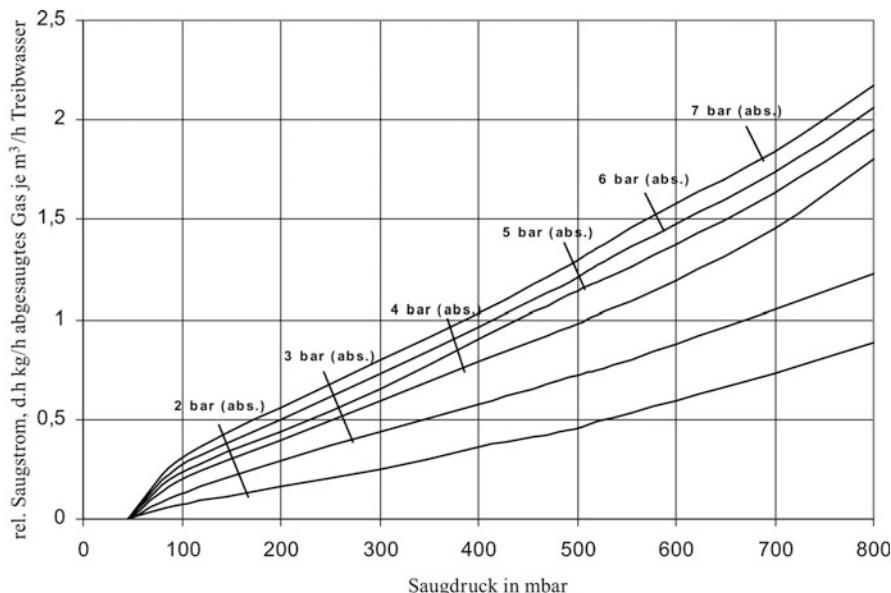


Abb. 2 Relativer Saugstrom von Wasserstrahlpumpen für eine Treibwassertemperatur von 25 C, atmosphärischen Gegendruck und Treibdrücke von 2 bar bis 7 bar; ohne Berücksichtigung von Kondensationseffekten

Besonders interessant wird der Einsatz einer solchen Pumpe, wenn das abgesaugte Gas aus Gründen der Prozessführung mit einer Flüssigkeit vermischt werden soll, da innerhalb der Strahlpumpe durch die hohen Strömungsgeschwindigkeiten in der Mischzone ideale Bedingungen für Wärme- und Stoffübergang vorliegen. Auf Grund dieser Eigenschaft werden Wasserstrahlpumpen zunehmend im Bereich der Abwasserstechnik und Trinkwasseraufbereitung zum Eintrag und zur intensiven Durchmischung von Luft, Sauerstoff oder Ozon mit dem zu behandelnden Wasser eingesetzt.

Wegen der Einfachheit der Konstruktion können Strahlpumpen in vielen verschiedenen Werkstoffen hergestellt werden. Neben Standardausführungen in C-Stahl, Grauguss, Bronze und CrNi-Stahl können auch andere metallische Werkstoffe, Kunststoffe, Porzellan, Grafit oder Glas verwendet werden. Diese Tatsache ermöglicht den Einsatz in Bereichen, in denen man mit aggressiven und extrem korrosiven Medien umgehen muss.

Für „normale“ Anwendungen können Flüssigkeitsstrahl-Vakuumpumpen auf Grund der relativ geringen Anschaffungskosten und der leichten Einbaumöglichkeit überall dort eingesetzt werden, wo niedrige Investitionskosten von besonderer Bedeutung sind.

3 Dampfstrahl-Vakuumpumpen

Das physikalische Prinzip der Strahlpumpen wurde bereits im ► [Abschn. 1.8 von Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“](#) am Beispiel der Lavaldüse erläutert.

Strahlpumpen mit Treibmedium Wasserdampf haben in der Vakuumtechnik große Bedeutung erlangt und sind bis herab zu einem Saugdruck von 1 Pa (0,01 mbar) einsetzbar. Der Treibdampfdruck liegt üblicherweise im Bereich 2 bar–20 bar. Die relativ einfache Basisgeometrie der Strahlpumpe sowie die Tatsache, dass keine bewegten Teile erforderlich sind, führen dazu, dass es praktisch keine Einschränkungen bei Auswahl und Einsatz der unterschiedlichsten Werkstoffe gibt. Standardwerkstoffe wie C-Stahl, GG, GGG, Bronze, CrNi-Stahl und verschiedene Kunststoffe können bereits eine Vielzahl von Einsatzfällen abdecken. Es ist aber auch durchaus möglich und üblich, Sonderwerkstoffe wie Hastelloy, Titan, Grafit, Porzellan oder auch Glas als Werkstoff für den Bau von Strahlpumpen zu verwenden.

3.1 Aufbau und Wirkungsweise

Der prinzipielle Aufbau einer Dampfstrahl-Vakuumpumpe ist in Abb. 3 dargestellt.

Der Treibstrom wird in der Treibdüse 2 unter Druckabsenkung beschleunigt: Druck wird gemäß Gl. 1 in Geschwindigkeit umgewandelt. Im Strahlpumpenkopf 3, beim niedrigsten Druck im gesamten Strömungskanal, wird der Saugstrom B eingesogen. Im anschließenden Diffusor 4 + 5 wird die aus Saug- und Treibstrom vereinigte Strömung bei gleichzeitigem Druckanstieg wieder verzögert und auf Gegendruckniveau bei C gefördert.

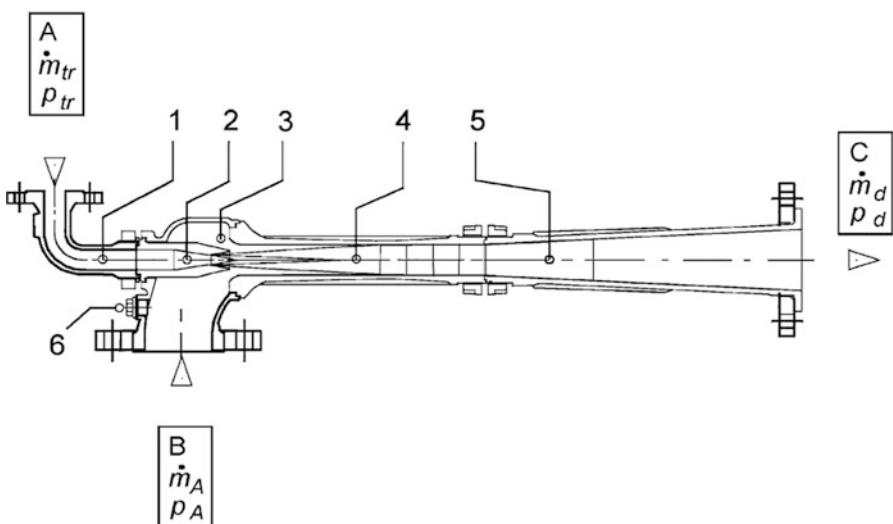


Abb. 3 Aufbau einer Dampfstrahl-Vakuumpumpe. 1 Düsenvorkammer mit Dampsieb, 2 Treibdüse, 3 Kopf, 4 Einlaufdiffusor, 5 Austrittsdiffusor, 6 Messanschluss, A Treibdampf, B Saugstrom, C Gemischstrom, \dot{m}_{tr} Treibstrom, p_{tr} Treibdruck, \dot{m}_A Ansaugstrom, p_A Ansaugdruck, \dot{m}_d Gemischstrom, p_d Gegendruck

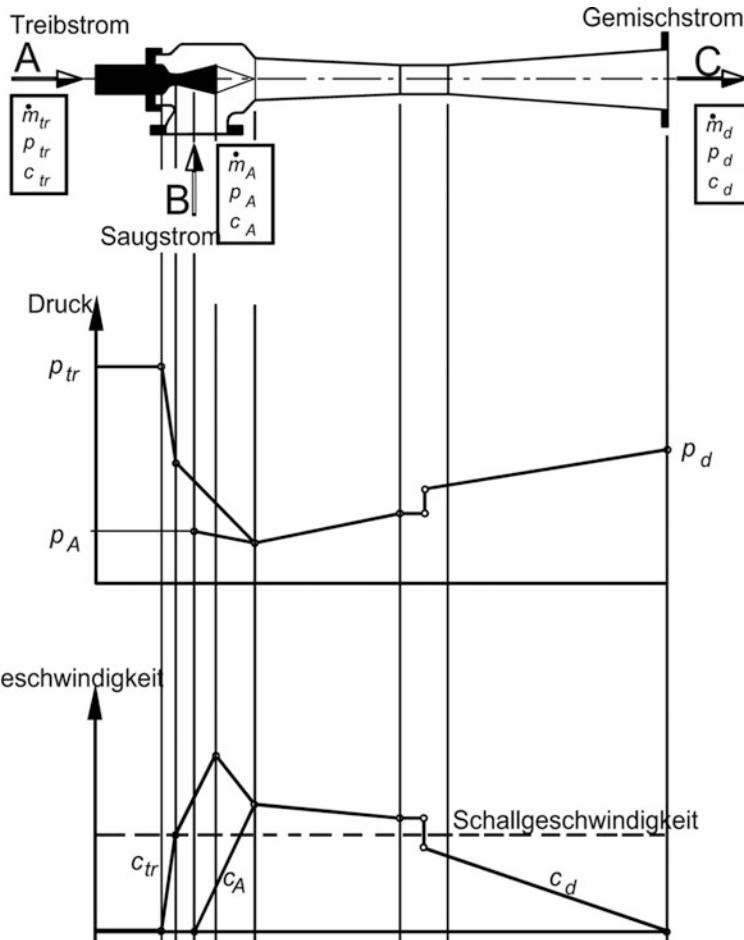


Abb. 4 Druck und Geschwindigkeitsverlauf in einer Dampfstrahlpumpe

Abb. 4 zeigt den Druck- und Geschwindigkeitsverlauf in einer Dampfstrahlva-kuumppe bei überkritischem Druckgefälle, d. h., der Treibdruck ist mindestens um den Faktor 2 größer als der Saugdruck. Der Treibstrom erreicht bereits im engsten Querschnitt der sich danach wieder erweiternden Lavaldüse Schallge- schwindigkeit, wird dann weiter beschleunigt, expandiert über den Düsenaustritt hinaus und kann hier mehrfache Schallgeschwindigkeit erreichen. Hier, am Ort der höchsten Geschwindigkeit und des niedrigsten Drucks, beginnt die Vermischung mit dem Saugstrom. Im anschließenden Einlauf- oder Überschalldiffusor 4 findet nun die Vermischung im Überschallbereich statt, bei gleichzeitiger Verzögerung und Druckanstieg. Die Geschwindigkeit nähert sich der Schallgeschwindigkeit an und geht im engsten Diffusorquerschnitt in einem Verdichtungsstoß auf Unterschallgeschwindigkeit über. Die anschließende Weiterverdichtung im Austritts- oder Unterschalldiffusor

5 auf den Gegendruck findet dann im Unterschallbereich statt. Ein stabiler Betrieb der Dampfstrahlpumpe ist gewährleistet, wenn der Verdichtungsstoß im engsten Diffusorquerschnitt oder weiter stromabwärts stattfindet. Bei Erhöhung des Gegendruckes verschiebt sich der Verdichtungsstoß stromaufwärts und führt zu plötzlichem Saugdruckanstieg und instabilem Betrieb, wenn er in den Einlaufdiffusor 4 verschoben wird. Dies geschieht bei Überschreitung des so genannten Grenzgegendruckes auf der Gemischseite. Jegliche Druckänderung unterhalb des Grenzgegendruckes auf der Gemischseite hat also keine Auswirkung auf die Saugleistung der Strahlpumpe.

3.2 Leistungsdaten, Betriebsverhalten und Regelung

Das Verdichtungsverhältnis für eine Einzelstufe ist auf etwa 1:10 (im höheren Vakuum 1:20) begrenzt. Daher ist es notwendig, bei Saugdrücken unterhalb von 100 mbar mehrstufige Dampfstrahlpumpen einzusetzen. Tab. 1 gibt Anhaltswerte, welche Stufenzahl abhängig vom zu erreichen Saugdruck einzuplanen ist.

Abschn. 3.3 wird sich mit mehrstufigen Anlagen beschäftigen. Zunächst soll jedoch das Verhalten der Einzelstufe betrachtet werden. Abb. 5 zeigt die Leistungskennlinien einer Einzelstufe für Saugdrücke von 25 hPa bis 40 hPa (25 mbar bis 40 mbar). Man erkennt, dass der Saugstrom bei konstantem Saugdruck und steigendem Gegendruck unverändert bleibt, solange der Grenzgegendruck nicht erreicht wird. Bei Überschreiten des Grenzgegendrucks nimmt der Saugstrom plötzlich stark ab, bis auf Nullleistung. Die Steigung der abfallenden Äste der Kennlinien ist abhängig vom Verdichtungsverhältnis. Bei großen Verdichtungen verlaufen diese senkrecht und können nicht als Betriebspunkte genutzt werden, wohingegen bei kleinen Verdichtungsverhältnissen ($p_d / p_A < 3$) die Steigung abflacht und damit auch dieser Bereich für den Betrieb (und die Regelung der Strahlpumpe) genutzt werden kann.

Um nun das Betriebsverhalten einer Einzelstufe über einen weiten Saugdruckbereich darzustellen, werden die Saugdrücke und Grenzgegendrücke jeweils als eine Linie dargestellt, was dann zu der Darstellung gemäß Abb. 6 führt. Für jeden Ansaugdruck kann hier auf der Saugdruckkurve ein Saugstrom

Tab. 1 Stufenzahl für verschiedene Saugdrücke p_A bei Treibdruck $7 < p_{tr} < 15$ in bar (abs.)

Stufenzahl	Ansaugdruck p_A in mbar (hPa)
1	100
2	30
3	4
4	0,2
5	0,05

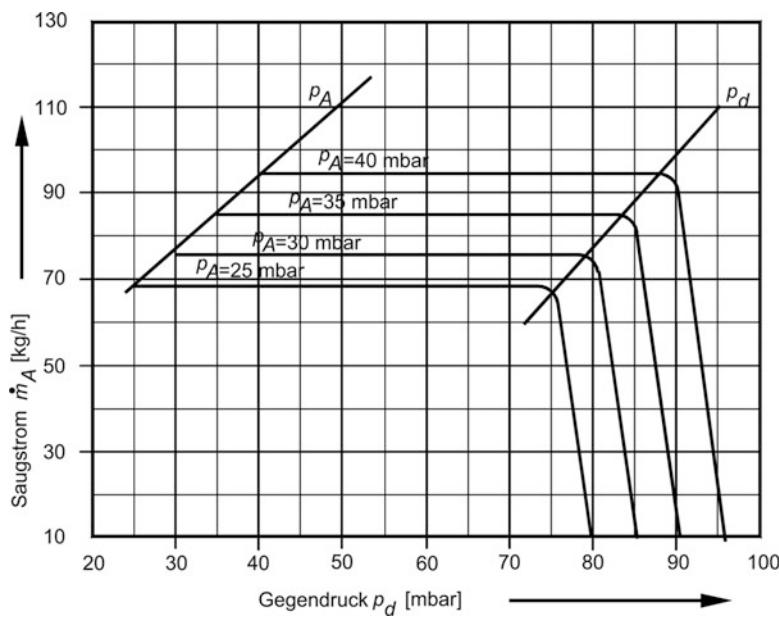


Abb. 5 Kennlinien einer Einzelstufe für verschiedene Saugdrücke, p_A Saugdruck, p_d Gegendruck

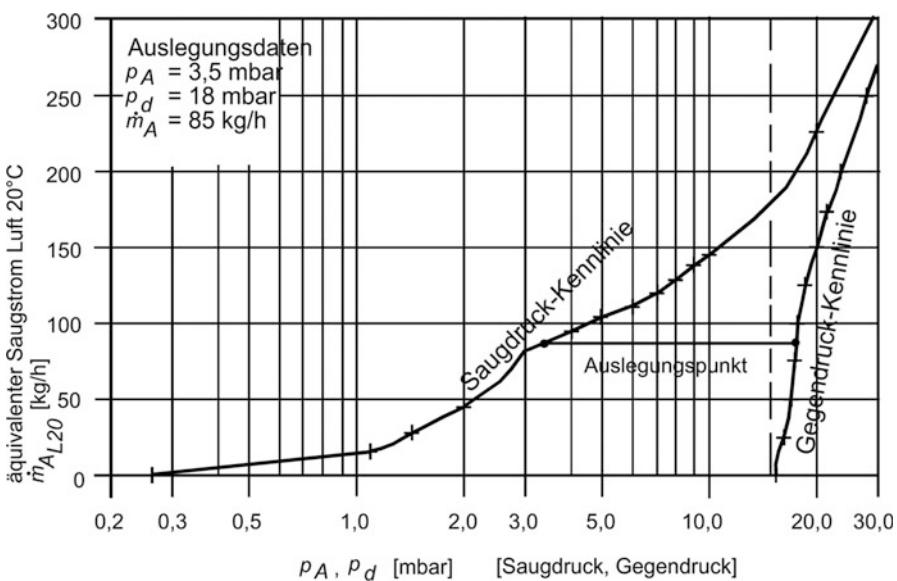


Abb. 6 Typische Kennlinie einer Einzelstufe mit Saug- und Gegendruckkennlinie

abgelesen werden, der bei jedem Gegendruck unterhalb des Grenzgegendrucks unverändert bleibt.

Das Saugvermögen einer Dampfstrahlpumpenstufe wird in Abschn. 4.7, (siehe darin Gl. 21) hergeleitet und eine Saugvermögenskurve im Abschn. 5 dieses Kapitels diskutiert.

Um den Treibdampfbedarf zu ermitteln, müssen Saugstrom, Saugstromtemperatur, Saugdruck, Grenzgegendruck und Treibdruck definiert sein. Die Drücke ergeben sich aus dem konkreten Bedarfsfall. Der Saugstrom fällt bei einer bestimmten Temperatur an und setzt sich normalerweise aus verschiedenen Komponenten zusammen (Luft, Dampf, Kohlenwasserstoffe, ...). Um eine einheitliche Berechnungsgrundlage zu erhalten, wird der reale Saugstrom auf einen normierten Saugstrom – Luft bei 20 °C – umgerechnet. Diese Umrechnung erfolgt gemäß VDMA-Einheitsblatt 24294 Blatt 2 [1]:

für Gase

$$\dot{m}_{L20} = \frac{\dot{m}_G}{\tau \cdot \vartheta_G} \quad (2)$$

und Wasserdampf

$$\dot{m}_{L20} = \frac{\dot{m}_D}{\tau \cdot \vartheta_D} \quad (3)$$

mit den Umrechnungsfaktoren für die relative Molmasse M_r

$$\tau = \exp \left\{ -2,44731 + (\ln M_r \cdot 1,028) - \left[(\ln M_r)^2 \cdot 0,0894 \right] \right\} \quad (4)$$

die Temperatur für Gase

$$\vartheta_G = \frac{(\vartheta - 20) \cdot (0,8 - 1)}{460} + 1 \quad (5)$$

und die Temperatur für Wasserdampf

$$\vartheta_D = \frac{(\vartheta - 20) \cdot (0,725 - 1)}{460} + 1 \quad (6)$$

Beispiel 2

Ein Saugstrom von 35 kg/h CO₂ ($M_r = 44$) bei 120 °C wird nach Gl. 2 umgerechnet in

$$\dot{m}_{L20} = \frac{35}{1,176 \cdot 0,956} = 31,1 \frac{\text{kg}}{\text{h}}$$

Körting Strahlpumpen

führende Technologien

- zuverlässiger, störungsfreier Betrieb
- beim Dampfverbrauch die Effizientesten
- einsetzbar in vielen verfahrenstechnischen Anlagen
- für die unterschiedlichsten Treib- und Saugmedien zum Fördern und Mischen von Flüssigkeiten, Gasen, Dämpfen und Feststoffen bis 300 bar Betriebsdruck



www.koerting.de

Tab. 2 c_L -Werte abhängig von Saug- und Treibdruck

	Treibdruck in bar (abs.)		
Ansaugdruck (abs.)	4	8	12
500 mbar	0,71	0,41	0,36
200 mbar	1,20	0,54	0,48
100 mbar	5,00	0,92	0,50
10 mbar	0,29	0,26	0,22
5 mbar	0,27	0,22	0,21
1 mbar	0,25	0,21	0,21
0,5 mbar	0,25	0,20	0,20

Luft bei 20 °C.

Der erforderliche Treibstrom \dot{m}_{tr} kann anhand der Gleichung für den relativen Saugstrom

$$\frac{1}{\mu} = \frac{\dot{m}_{L20}}{\dot{m}_{\text{tr}}} = \frac{1}{c_L \cdot \frac{p_d}{p_A}} \quad (7)$$

ermittelt werden. Die dimensionslose Größe c_L ist dabei ein empirisch ermittelter Wert, der abhängig von Saug- und Treibdruck und für Verdichtung bis auf Atmosphärendruck bzw. Verdichtungsverhältnisse $p_d/p_A < 10$ in Tab. 2 aufgeführt ist.

Eine Leistungsregelung von Strahlpumpen ist nur begrenzt möglich. So kann die Saugleistung nur bei Strahlpumpen mit kleinem Verdichtungsverhältnis ($p_d/p_A < 3$) unter Ausnutzung der abfallenden Äste der Kennlinie variiert werden. Ansonsten kann eine Anpassung an verschiedene Saugleistungen durch Parallelschaltung mehrerer Pumpen erzielt werden. Eine Saugdruckregelung (Abb. 7) wird bei kleinen Verdichtungsverhältnissen ($p_d/p_A < 3$) durch Variation des Treibdruckes und sonst durch saugseitige Drosselung, Zugabe von Ballastsaugstrom oder Rückführung eines Teiles des Gemischstromes auf die Saugseite realisiert.

3.3 Mehrstufige Dampfstrahl-Vakuumpumpen

Bei niedrigen Ansaugdrücken (1 hPa) müssen sehr große Verdichtungsverhältnisse überbrückt werden, um bis auf Atmosphäre fördern zu können. Hier werden dann mehrstufige Ausführungen mit Zwischenkondensation eingesetzt. Nach jeder Strahlpumpenstufe werden, soweit es Druck- und Temperaturbedingungen zulassen, Wasserdampf und andere kondensierbare Komponenten aus Saug- und Treibstrom in Misch- oder Oberflächenkondensatoren kondensiert. Die jeweils nachfolgende Strahlpumpenstufe muss dann nur noch die mit Wasserdampf gesättigten nichtkondensierbaren Komponenten, und nicht den Treibdampf selbst, weiterverdichten.

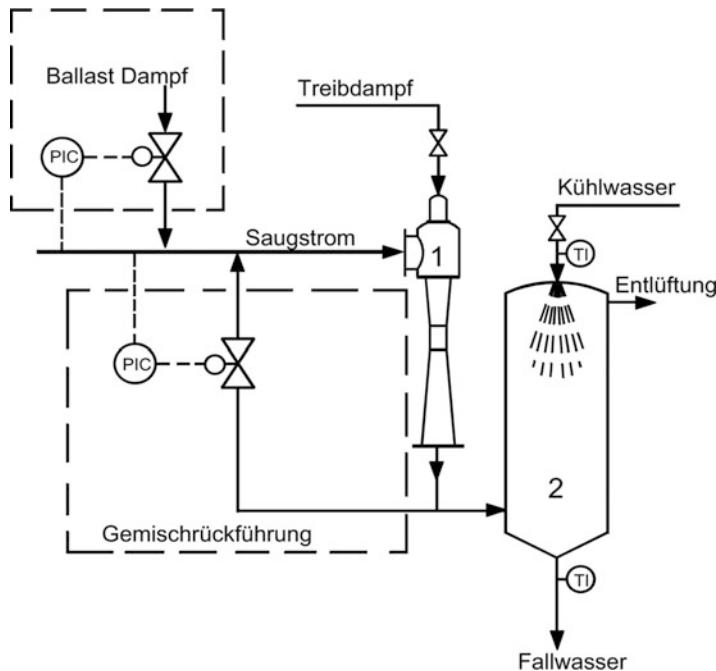


Abb. 7 Saugdruckregelung von Dampfstrahlpumpen

Abb. 8 zeigt den prinzipiellen Aufbau einer 5-stufigen Anlage mit Mischkondensatoren, ausgelegt für einen Saugdruck von 1 hPa (1 mbar, Verdichtungsverhältnis 1000).

Der erste Kondensator wird bei möglichst niedrigem Druck, abhängig von der verfügbaren Kühlwassertemperatur betrieben (mit Kühlwasser von 25 °C kann Wasserdampf bei einem Druck von ca. 40 hPa (40 mbar) kondensiert werden). Vor dem ersten Kondensator (Hauptkondensator) sind zwei Strahlpumpenstufen notwendig, da die notwendige 40-fache Verdichtung (von 1 hPa auf 40 hPa) nicht in einer einzigen Stufe realisierbar ist. Nach dem Hauptkondensator sind 3 weitere Strahlpumpenstufen mit Zwischenkondensatoren (3-stufige Entlüftungsgruppe) angeordnet, um die nichtkondensierbaren Gase schließlich auf Atmosphärendruck zu fördern. Hier könnte auch eine 2-stufige Entlüftungsgruppe eingesetzt werden, die dann jedoch einen höheren Treibdampfbedarf hätte. Der Einsatz der einfachen und kostengünstigen Mischkondensatoren (Abb. 9) ist nur dort möglich, wo es gestattet ist, Prozessmedium und Kühlwasser miteinander zu vermischen. Ist dies nicht möglich, so werden Oberflächenkondensatoren, bei denen Prozessmedium und Kühlwasser getrennt sind, verwendet.

Das aus den Mischkondensatoren ablaufende Kühlwasser oder aus Oberflächenkondensatoren ablaufende Kondensat kann entweder barometrisch über ein mindestens 11 m langes Fallrohr (d. h. 11 m Höhenunterschied) abgeführt oder mit geringerer Zulaufhöhe mittels geeigneter Kreiselpumpen (z. B. Seitenkanalpumpen) abgesaugt

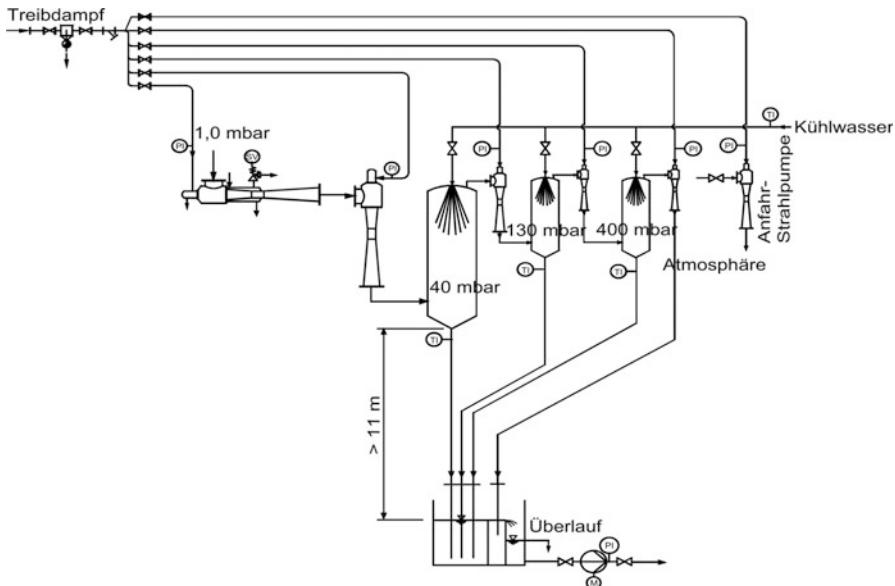


Abb. 8 Fünfstufige Dampfstrahlvakuumanlage mit zwischengeschalteten Mischkondensatoren und Anfahrstrahlpumpe (zum schnellen Evakuieren der Prozessanlage beim Anfahren): TI Thermometer, PI Manometer, SV Sicherheitsventil am Heizmantel, M Motor

werden. Dies ist notwendig, da die Kondensatoren im Vakuum betrieben werden. In der Praxis wird die barometrische Aufstellung bevorzugt (Abb. 9), da das gesamte Vakuumsystem dann störungssicher ohne mechanisch bewegte Teile auskommt.

Typische Anwendungen für Anlagen mit Mischkondensation:

- Raffination von Speiseöl (Abb. 9). Hier werden die Prozessschritte Bleichung, Trocknung, Neutralisation und Desodorisierung oder physikalische Raffination unter Vakuum ausgeführt. Für die Vakuumerzeugung werden hier fast ausschließlich mehrstufige Dampfstrahl-Vakuumpumpen eingesetzt.
- Dampfstrahl-Kälteanlagen

Typische Anwendungen für Anlagen mit Oberflächenkondensation:

- Vakuumerzeugung bei der Mineralöl-Destillation
- Vakuumerzeugung bei der Harnstoffsynthese (Urea)
- Turbinenkondensator-Entlüftung in Kraftwerken
- Vakuumerzeugung für Eindampfanlagen
- Vakuumerzeugung bei der Meerwasserentsalzung
- Vakuumerzeugung bei Extrudierprozessen

Hybridsysteme bestehend aus mehrstufiger Dampfstrahl-Vakuumpumpe, Oberflächenkondensator und Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe als Atmosphärenstufe werden in großer Anzahl eingesetzt zur Vakuumerzeugung für Prozesse der



Abb. 9 Die beiden ersten Stufen einer fünfstufigen Dampfstrahlvakuumanlage mit Mischkondensator für die Desodorisierkolonne einer Speiseölraffination. Die erste Stufe (schräg von oben nach unten fördernd, Saugnennweite DN 500, Baulänge ca. 6 m) saugt aus der Desodorisierkolonne bei 3 hPa ab (Saugvermögen 66.000 m³/h). Die zweite Stufe (schräg von unten nach oben fördernd, Saugnennweite DN 400, Baulänge ca. 5 m) ist mit einer gegendruckgeführten Treibdampfverstellung ausgerüstet, um bei sinkender Kühlwassertemperatur (33 °C–23 °C) Treibdampf einzusparen (803–485 kg/h). Am Austritt der zweiten Stufe ist der erste Mischkondensator (Hauptkondensator ø 700 · 2800 mm) zu erkennen

- Chemischen Industrie
- Pharmaindustrie
- Trocknungstechnik
- Mineralölindustrie

3.4 Organische Dämpfe als Treibmedium

Werden Strahlpumpen mit Wasserdampf betrieben, fällt auch bei Verwendung von Oberflächenkondensatoren Abwasser aus dem Treibdampfkondensat an, das durch Produktbestandteile verunreinigt ist. Um selbst solche geringen Abwasserströme zu vermeiden, bietet sich für bestimmte Prozesse der Vakuumherzeugung der

Einsatz von Produktdampf (Dampf eines Stoffes, der im Prozess verwendet wird) als Treibmedium an. Auf diese Weise vermeidet man neben jeglichem Abwasseranfall auch die Gefahr des Rückströmens von Wasser oder Wasserdampf in den Produktraum. Diese Forderung ist bei vielen chemischen Prozessen unbedingt einzuhalten.

Bei einer mit Produktdampf betriebenen Anlage wird das Treibdampfkondensat, gemischt mit dem Kondensat des aus dem Prozess abgesaugten Dampfes, in einem Kreislauf erneut verdampft und wieder als Treibdampf eingesetzt. Überschusskondensat wird wieder in den Prozess zurückgeführt. Auf diese Weise entsteht keine Abfallflüssigkeit, die entsorgt werden müsste. Ein solches System arbeitet von außen betrachtet wie eine trocken verdichtende Vakuumpumpe. Anlagen dieser Art werden sowohl mit Oberflächenkondensatoren als auch mit Mischkondensatoren betrieben. Im Mischkondensator wird als Kühlflüssigkeit derselbe Stoff verwendet, der auch als Treibdampf zum Einsatz kommt.

Als Treibmedium für produktdampfbetriebene Strahlpumpen eignen sich organische Dämpfe wie Ethylenglykol, Butandiol, Butanol, Monochlorbenzol, Trichlorethylen, Toluol, Phenol u. a.

Die Eignung eines Stoffes als Treibmedium wird im Wesentlichen durch die Dampfdruckkurve bestimmt. Es ist entscheidend, dass die Verdampfungstemperatur unter der Zersetzungstemperatur und die Kondensationstemperatur über dem Tripelpunkt liegen. Die Temperatur des zur Verfügung stehenden Kühlmittels, die bestimmt ist für den notwendigen Kondensationsdruck, kann die Verwendung bestimmter Treibmedien grundsätzlich ausschließen. Auch die Veränderung des Dampfdruckes durch Beimischung niedrigsiedender Komponenten aus dem Saugstrom muss berücksichtigt werden.

Diese Überlegungen zeigen, dass es erforderlich ist, den Einsatz produktdampfbetriebener Strahlpumpen sehr genau zu untersuchen und gegebenenfalls auch vor Einsatz im industriellen Maßstab zu testen.

Es gibt heute bereits eine Reihe von Prozessen, die ausreichend untersucht sind und deren einwandfreie Funktion in einer Vielzahl von Großanlagen bewiesen ist. Eine Erweiterung der Einsatzbereiche über die bereits bekannten hinaus ist sicher erstrebenswert, um die Vorteile der Strahlpumpen bezüglich Betriebssicherheit und günstigen Investitionskosten mit dem Vorteil des abwasserfreien Betriebes kombinieren zu können.

Typische Anwendungen

- Vakumerzeugung bei der Polykondensation zur Herstellung von PET
Prozessdampf: Ethylenglykol
Prozessdruck : 0,1 mbar–0,5 mbar
- Kunstfaserherstellung
Prozessdampf: Butandiol
Prozessdruck: < 1,0 mbar
- Vakumerzeugung für Spezialprodukte
Prozessdampf: Butanol, Monochlorbenzol, Phenol

4 Diffusionspumpen

4.1 Aufbau und Arbeitsweise

Die Diffusionspumpe geht auf eine Erfindung von *Gaede* [2] zurück, der ihr auch als erster diesen Namen gab. Abb. 10 zeigt eine Diffusionspumpe im Schnitt. Die Pumpe besteht aus dem rohrförmigen Pumpenkörper PK, der oben mit dem ansaugseitigen Hochvakuumflansch F_A versehen ist. Darüber ist eine Dampfsperre (englisch: baffle) BA angeflanscht, deren Prallplatten das Eindringen von Treibmitteldampf in den Vakuumbehälter, der sich am oberen Baffleflansch anschließt, verhindern. Unten ist der Pumpenkörper durch einen Boden PB abgeschlossen. Dieser bildet den geheizten Siederaum S ($190\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $280\text{ }^{\circ}\text{C}$) für das Treibmittel. Seitlich mündet das Vorvakuumrohr V, das zum Anschluss der Vorpumpe mit einem kleinen Flansch F_V versehen ist. Oberhalb der Aussparung für das Vorvakuumrohr wird der Pumpenkörper durch wasserdurchströmte Kühlrohre KR oder einen Kühlmantel oder, im Falle der Luftkühlung, durch Kühlrippen gekühlt. Der Pumpenkörper nimmt das Pumpenninnenteil mit seinem Düsenystem auf. In der Abbildung ist eine vierstufige Pumpe dargestellt, mit einer Hochvakuum- (A), zwei Zwischenvakuum- (B und C) und einer Vorpumpestufe (D). Es gibt aber auch Diffusionspumpen mit kleineren oder größeren Stufenzahlen.

Abb. 10 Schnitt durch eine vierstufige Diffusionspumpe mit aufgesetzter Dampfsperre (Baffle): A, B, C, D Ringdüsen; BA Dampfsperre (Baffle); F_A Hochvakuumflansch; F_V Vorpumpe; F_B^+ engster Querschnitt; KR Kühlrohr (Wasserkühlung); PB Pumpenboden; PK Pumpenkörper; V Vorvakuumrohr; S Siederaum

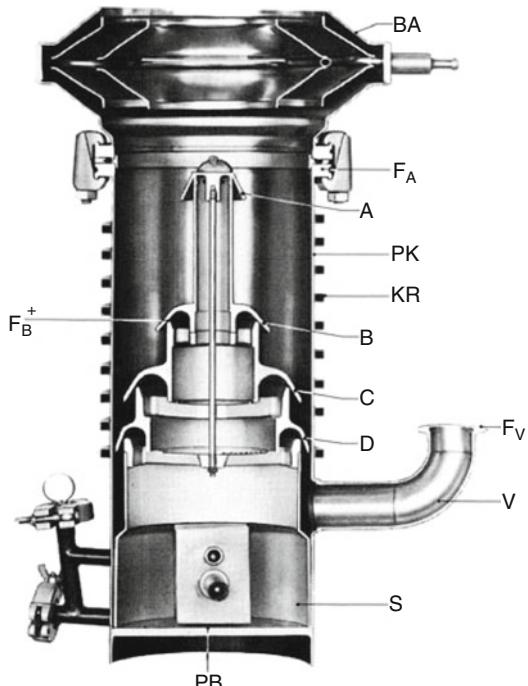
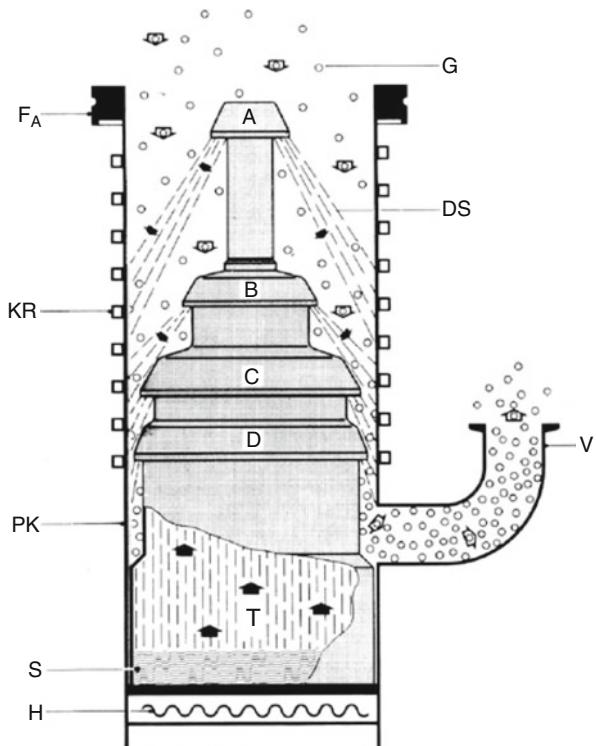


Abb. 11 Zur Arbeitsweise einer Diffusionspumpe:

H Heizung; *S* Siederaum; *PK* Pumpenkörper; *KR* Kühlrohre; *FA* Hochvakuumflansch; *G* Gasmoleküle des abzupumpenden Gases; *DS* Dampfstrahl; *V* Vorvakuumstutzen; *A, B, C, D* Düsen; *T* Treibmitteldampf



Die Arbeitsweise soll anhand der Abb. 11 erläutert werden. Das am Boden des Pumpenkörpers befindliche flüssige Treibmittel wird durch eine Bodenheizung *H* oder eine Tauchsiederheizung so weit erwärmt, dass im Siederaum *S* ein Dampfdruck $p_0 = 0,1\text{--}1 \text{ kPa}$ entsteht. Der Treibmitteldampf *T* steigt in den Dampfrohren des Innenteils nach oben, gelangt in die ringförmigen Düsen *A* bis *D* (vgl. Abb. 10), die aus den Dampfrohren und den Düsenkappen gebildet werden, und wird von diesen nach unten umgelenkt. Hinter dem engsten Querschnitt (z. B. F_B^* in Abb. 10) expandiert der Dampf entsprechend den Gesetzen der Gasdynamik und tritt schließlich in den zwischen Düsensystem und gekühlter Wand des Pumpenkörpers gebildeten Raum. Hier erfolgt eine weitere Expansion und Geschwindigkeitszunahme.

In dem Raum unter jeder Düsenkappe entsteht zwischen Düsensystem und gekühlter Körperwand ein schirmförmiger Dampfstrahl mit ringförmigem Querschnitt, der mit hoher Überschallgeschwindigkeit ($M \approx 3\text{--}8$) nach unten strömt. Die abzupumpenden Gasteilchen *G* treten von oben durch den Hochvakuumanschluss *F_A* in die Pumpe ein und gelangen zunächst in den Dampfstrahl der Hochvakuumdüse *A*. Sie dringen durch Diffusion (► Abschn. 4 in Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“) in den Strahl ein und nehmen durch Stöße dessen nach unten gerichtete Geschwindigkeit an. Der Dampf wird bei Berührung mit der gekühlten Wand des Pumpenkörpers *PK* kondensiert, die nicht kondensierbaren Gasmoleküle treten in

den Dampfstrahl der Zwischenstufen B und C ein, wo sie wiederum beschleunigt und in das Gebiet der Vorvakuumstufe D befördert werden. Hierbei steigt der Gasdruck von Stufe zu Stufe an. Das Druckverhältnis (Kompressionsverhältnis) vor und nach einer Stufe kann mit der Gleichung

$$\frac{p_{\text{vor}}}{p_{\text{nach}}} = \exp(\rho u d / D) \quad (8)$$

beschrieben werden, wobei ρ die Dichte des Treibmittels, u dessen Geschwindigkeit und d die Breite des Treibmittelstrahls bezeichnet. Der Diffusionskoeffizient D wird näherungsweise beschrieben durch die Molekulargewichte M_G , M_T und molekularen Durchmesser d_G , d_T von Gas und Treibmittel [3]:

$$D = \frac{3}{8\sqrt{2\pi}} \left(RT \frac{M_G + M_T}{M_G M_T} \right)^{0,5} \left(\frac{d_G + d_T}{2} \right)^{-2} \quad (9)$$

Das komprimierte Gas tritt dann in das Vorvakuumrohr V und wird von der Vorvakumpumpe abgepumpt. Das kondensierte Treibmittel läuft an der Innenseite des Pumpenkörpers nach unten in den Verdampferraum zurück und wird dort im Kreislauf wieder verdampft.

Da das abgepumpte Gas von Stufe zu Stufe komprimiert wird, nimmt bei konstantem Massenstrom sein Volumenstrom entsprechend ab. Das Pumpeninnen teil ist deshalb so konstruiert, dass die ringförmige Pumpfläche zwischen dem jeweiligen Düsensystem und der Wand des Pumpenkörpers von Stufe zu Stufe kleiner wird. Das hat den Vorteil, dass in den vorvakuumseitigen Stufen der Dampf weniger stark expandiert und dementsprechend ein höheres Ruhedruckverhältnis erreicht wird (siehe ► Abschn. 1.7 in Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“). Das bedeutet, dass der höchstzulässige Druck auf der Vorvakuumseite vergrößert wird.

Die erste Stufe einer Diffusionspumpe ist somit diejenige mit dem größten Saugvermögen und kleinstem Kompressionsverhältnis, bei der letzten Stufe ist es gerade umgekehrt. Kleinere Diffusionspumpen haben in der Regel 3 Stufen, größere bis zu 6.

Die zweckmäßige Kühlung der Diffusionspumpe ist von großer Bedeutung für ihre Funktionsweise. Die Kühlung muss dort am größten sein, wo der Treibmitteldampfstrahl die Pumpwand trifft. Ist die Kühlleistung zu klein, wird nicht der ganze Dampf kondensiert und kann in den zu evakuierenden Rezipienten eindringen (Rückströmung). Ist die Kühlleistung zu groß, wird das Kondensat zu sehr abgekühlt und fließt langsamer in den Verdampferraum, so dass die maximale Saugleistung der Pumpe herabgesetzt und unnötig viel Heizleistung zur Wiederverdampfung benötigt wird.

Abb. 12 zeigt eine schematische Darstellung des Saugvermögens einer Diffusionspumpe in Abhängigkeit vom Ansaugdruck. Unterhalb eines kritischen Drucks ist das Saugvermögen konstant, da sowohl die Auftreffwahrscheinlichkeit der Gasmoleküle auf den Pumpflansch wie ihre Pumpwahrscheinlichkeit

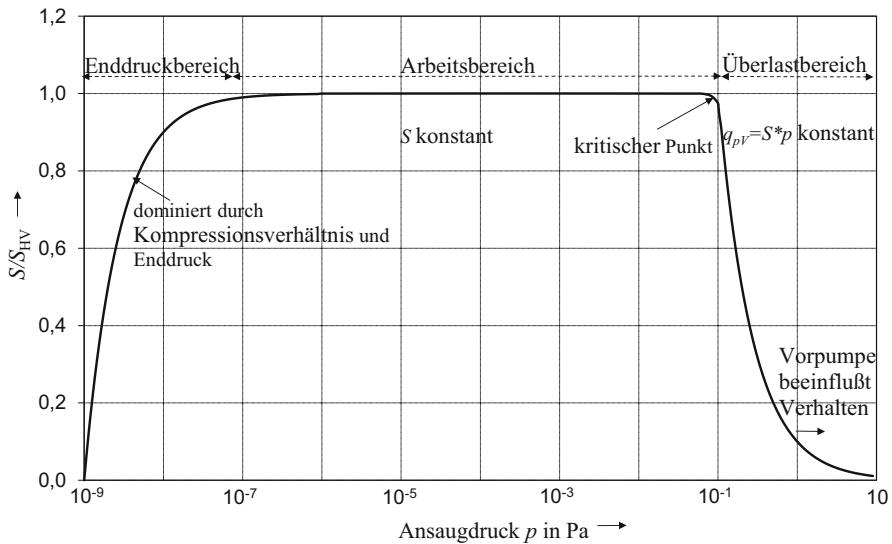


Abb. 12 Schematische Darstellung des relativen Saugvermögens (S_{HV} Saugvermögen im Hochvakumbereich) einer Diffusionspumpe mit einem angenommenen Enddruck von 10^{-9} Pa und einem kritischen Punkt bei 0,1 Pa

durch den Treibmittelstrahl druckunabhängig ist. Zwar bleibt dieses Saugvermögen im Prinzip auch bei beliebig kleinen Drücken erhalten, jedoch nimmt bei sehr niedrigen Drücken das gemessene oder scheinbare Saugvermögen ab, weil nun das Kompressionsverhältnis, d. h., die Rückdiffusion aus der Vorpumpe, und die Ausgasung der Pumpe den Druck über der Pumpe bestimmt. Die Ausgasung der Pumpe röhrt hauptsächlich vom Rückfluss des Treibmittels und dessen flüchtigeren Spaltprodukten.

Oberhalb des kritischen Punktes (Abb. 12) ist der Bereich des konstanten Teilchenstroms: Die maximale Durchflussrate der Pumpe (Saugleistung) ist erreicht. Im unteren Teil dieses „Überlastbereichs“ spielt die Größe der Vorpumpe bereits eine wesentliche Rolle und diese kann $S(p)$ in diesem Teil nach oben oder unten verschieben. Bei Prozessen, in denen die abzupumpende Gasrate bekannt ist, muss die Größe der Diffusionspumpe danach bemessen werden, dass deren maximale Saugleistung größer als diese Rate ist und auch der geforderte Prozessdruck erreicht wird.

Aus mehreren Gründen kann unerwünschter Weise Treibmittel in den Rezipienten gelangen (Rückdiffusion):

- Treibmittelmoleküle der obersten, ersten Stufe, können durch Stöße mit Gasmolekülen oder anderen Treibmittelmolekülen oder durch nicht ideale Düsenform in die Richtung zum Ansaugflansch beschleunigt werden.
- Kondensierte Treibmittelmoleküle verdampfen wieder und nehmen einen Weg Richtung Ansaugflansch.

- Treibmittelöl kriecht entlang der Wand in den Rezipienten.
- Öltröpfchen werden kurz vor Eintritt in den Heizer soweit erhitzt, dass sie als Tropfen in den Rezipienten beschleunigt werden (ähnlich den Fettspritzern beim Braten).

Durch geeignete Düsenform sowie durch Dampfsperren und Fallen (Abschn. 4.3) wird die Rückdiffusion minimiert. Sie sollte unter $1 \cdot 10^{-10} \text{ g}/(\text{cm}^2 \text{ min})$ liegen. Solche Werte wurden tatsächlich gemessen [4]. Das Problem der Rückdiffusion wurde unter anderem in [4–7] behandelt.

Beispiel 3

Eine Diffusionspumpe des Saugvermögens 6000 L/s (Abb. 17) wird in einer Anlage bei einem Ansaugdruck p_A von $6 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$ ($6 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$) betrieben. Wie groß ist bei diesem Arbeitsdruck die Saugleistung der Pumpe? Berechnen Sie aus Abb. 17 die maximale Saugleistung der Pumpe. Welches Saugvermögen muss die Vorpumpe mindestens haben, wenn der Ansaugdruck der Diffusionspumpe auf 1 Pa ansteigt und dabei der Vorrakuumdruck unter 30 Pa bleiben soll, um die Vorrakuumfestigkeit (siehe Abschn. 4.6) von 50 Pa sicherlich nicht zu überschreiten?

Die Saugleistung q_{pV} bei $6 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$ ergibt sich aus $q_{pV} = S p_A = 6000 \text{ L/s} \cdot 6 \cdot 10^{-2} \text{ Pa} = 360 \text{ Pa L/s}$. Im abfallenden Ast der Saugvermögenskurve ist die Saugleistung konstant (vgl. Abb. 12 mit Abb. 17). Es genügt somit einen gut ablesbaren Wert herauszugreifen: Bei $0,4 \text{ Pa}$ ($4 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$) beträgt das Saugvermögen 2000 L/s, somit die maximale Saugleistung $q_{\max} = 800 \text{ Pa L/s}$. Diesen Gasdurchsatz muss die Vorpumpe abpumpen. Um dabei einen Vordruck p_V von 30 Pa zu erreichen, muss ihr Saugvermögen $S = q_{\max}/p_V = 26,7 \text{ L/s} = 96 \text{ m}^3/\text{h}$ betragen.

4.2 Treibmittel

Als Treibmittel wurde bis zu Beginn des 20. Jahrhunderts ausschließlich Quecksilber verwendet. Quecksilber hat jedoch bei Kühlwassertemperatur einen relativ hohen Dampfdruck von etwa 0,1 Pa. Bereits zur Erreichung des Hochvakuums musste man also schon eine tiefgekühlte Falle zwischen Pumpe und Vakuumbehälter schalten, um den Dampfdruck zu reduzieren. Heute werden Quecksilber-Diffusionspumpen nur noch in Sonderfällen eingesetzt.. Die weitaus meisten Diffusionspumpen sind Öl-Diffusionspumpen [8], die mit hochmolekularen Treibmitteln auf der Basis von hoch raffinierten Erdölen, Silikonen, bestimmten Estern, oder fluorierten Ölen (z. B. Fomblin) betrieben werden (Tab. 3). Abb. 13 enthält die Dampfdruckkurven einiger Treibmittel.

Die erwünschten Eigenschaften der Treibmittel, die nicht von jedem Typ gleichzeitig erfüllt werden können, sind in Tab. 4 aufgelistet.

Eine ausführliche Behandlung von Treibmitteln findet man in [9].

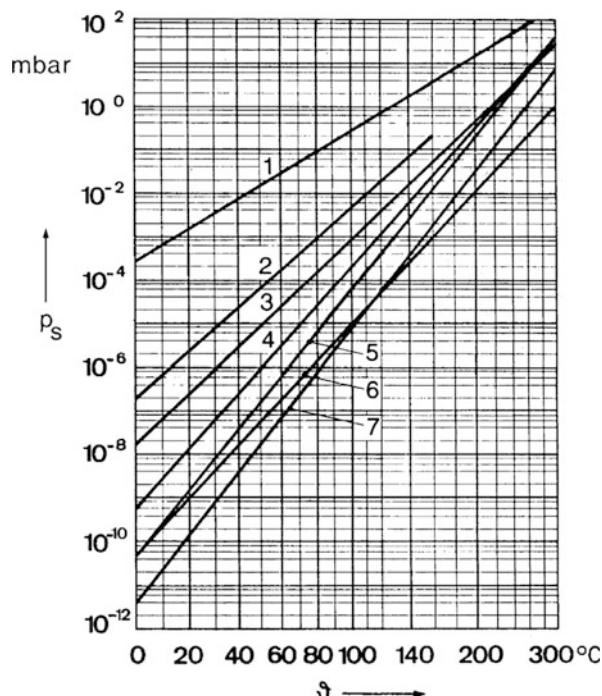
Tab. 3 Technische Daten gebräuchlicher Treibmittel für Diffusionspumpen

Treibmittel	Relative Molekülmasse	Dynamische Viskosität in Pa · s	Brechzahl bei 589 nm	Dichte g · cm ⁻³	A^g	B^g K	θ_{-s}^i °C	θ_{-2}^i °C	$p(25$ °C)	Flammp. °C	Tropfp. °C
Butylphthalat	278	$2,1 \cdot 10^{-2}$ (20 °C)	1,4903 (20 °C)	1,035 (20 °C)	13,96	5204	18	81	$4,4 \cdot 10^{-5}$	190	—
Narcoil 40(A) ^a	419	—	1,4828 (20 °C)	0,973 (20 °C)	11,54	5690	73	146	$8 \cdot 10^{-8}$	—	—
Octoil S ^b	426	—	—	—	11,39	5514	50	142	$2,7 \cdot 10^{-8}$	—	—
Apiezon AP 201 ^c	420	$3 \cdot 10^{-2}$ (20 °C)	1,48 (25 °C)	0,87 (20 °C)	—	—	—	—	$5 \cdot 10^{-6}$ j	196	—
DIFFELEN L ^d	440	$1,69 \cdot 10^{-2}$ (25 °C)	1,4807 (20 °C)	0,8849 (20 °C)	12,82	6098	71	142	$2,4 \cdot 10^{-8}$	232	-27
DIFFELEN N ^d	470	$1,92 \cdot 10^{-2}$ (20 °C)	1,4802 (20 °C)	0,8815 (20 °C)	13,27	6329	76	145	$1,1 \cdot 10^{-8}$	242	-27
DIFFELEN U ^d	530	$2,18 \cdot 10^{-2}$ (20 °C)	1,4832 (20 °C)	0,8771 (20 °C)	13,04	6410	85	156	$3,5 \cdot 10^{-9}$	257	-29
DC 704 ^e	484	$4,17 \cdot 10^{-2}$ (25 °C)	1,5565 (25 °C)	1,07 (25 °C)	11,15	5570	74	155	$2 \cdot 10^{-8}$	221	-38
DC 705 ^e	546	$1,91 \cdot 10^{-2}$ (25 °C)	1,579 (25 °C)	1,094 (20 °C)	—	—	—	—	$4 \cdot 10^{-10}$	243	—
Polyphenyläther ^f	446	$1,20 \cdot 10^{-2}$ (25 °C)	1,67 (25 °C)	1,2 (25 °C)	—	—	—	—	$3 \cdot 10^{-10}$	350	—
Quecksilber	200,6	—	—	13,55 (20 °C)	10,67 ^g	3333 ^h	-28	45	$2,6 \cdot 10^{-3}$	—	—
Fomblin ^k	—	0,36 (20 °C)	—	1,9 (20 °C)	—	—	—	—	$4 \cdot 10^{-8}$	—	-42

Anmerkungen

^a Di-(3,5,5 trimethylhexyl)-phthalat^b Di-2-äthyl-hexylsebacat^c Gemisch aus Kohlenwasserstoffen^d Gemisch aus gesättigten Kohlenwasserstoffen^e Organische Si-Verbindungen^f Handelsnamen Convalex 10, Santovac 5, Ultralen^g,^h_{A,B} – Konstanten der Dampfdruckgleichung $\log \frac{p}{hPa} = A - \frac{B}{T}$ ⁱ Temperaturen (°C), bei denen der Dampfdruck $1,3 \cdot 10^{-5}$ bzw. $1,3 \cdot 10^{-2}$ hPa beträgt
bei 160 °C

Abb. 13 Sättigungsdampfdruck p_S von Treibmitteln für Treibmittel-Pumpen in Abhängigkeit der Temperatur ϑ . 1 Quecksilber; 2 Fomblin Y-LVAC 06/6; 3 Hochvakuumöl <leicht>; 4 Hochvakuumöl <normal>, Fomblin Y-HVAC 18/8; 5 Ultrahochvakuumöl; 6 Ultralen, Convalex 10, Santovac 5; 7 Silikonöl DC 705



Tab. 4 Erwünschte Eigenschaften von Treibmitteln für Diffusionspumpen

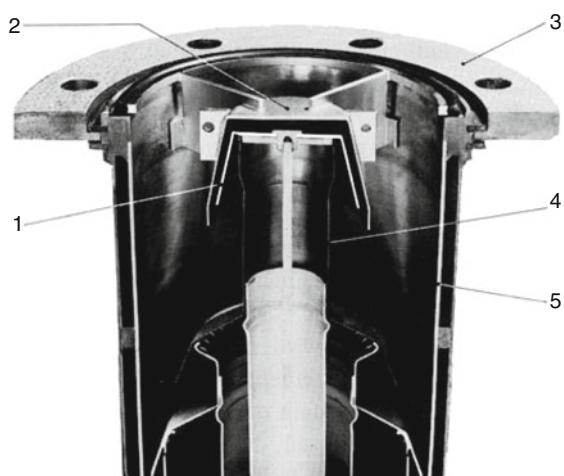
Eigenschaft	Zweck
Geringer Dampfdruck	Niedriger Enddruck
Keine leicht flüchtigen Bestandteile	Geringe Rückdiffusion, niedriger Enddruck
Geringe Lösefähigkeit von Gasen	Niedriger Enddruck
Hohes Molekulargewicht	Großer Impulsübertrag, hohes Saugvermögen
Hohe Oberflächenspannung	Vermindertes Wandkriechen (Rückwanderung)
Geeignete Viskosität bei Raumtemperatur	Gute Fließeigenschaften, hohes Saugvermögen
Geringe Verdampfungswärme	Niedrige Heizleistung
Hoher Flammpunkt	Thermische Stabilität, Sicherheit
Keine Zersetzung im Vakuum, durch elektrische Entladung	Lange Betriebsdauer des Öls
Keine Oxidation	Stabilität an Luft
Stabilität gegen Chemikalien	Lange Betriebsdauer des Öls
Nicht toxisch	Arbeitssicherheit

4.3 Dampfsperren (Baffles) und Fallen

Es gibt hochmolekulare Treibmittel mit extrem niedrigem Dampfdruck bei Kühlwassertemperatur (10^{-7} – 10^{-9} Pa, siehe auch Tab. 3). Deshalb kann man unter Umständen auf tiefgekühlte Fallen verzichten. Jedoch treten aus dem Dampfstrahl der Hochvakuumstufe, insbesondere aus der Gegend der oberen Düsenkappe, erhebliche Mengen von Öl molekülen entgegen der Pumprichtung nach oben und gelangen so in den Vakuumbehälter (Rückdiffusion), wo sie kondensieren. Eine Ölkontamination des Vakuumbehälters muss aber in den meisten Fällen vermieden werden, da es nur wenige Vakuumprozesse gibt, die durch Öldampf nicht empfindlich beeinträchtigt werden. Über 90 % des rückströmenden Öldampfes kann durch ein gekühltes Düsenhutbaffle abgefangen werden (Abb. 14).

Um den Öldampf im Rezipienten auf den Sättigungsdruck der Kühlwassertemperatur zu reduzieren, benötigt man ein auf diese Temperatur gekühltes Plattenbaffle, Schalenbaffle oder Chevronbaffle, das zwischen Pumpe und Vakuumbehälter geschaltet wird (Abb. 15). Eine solche Dampfsperre (Baffle) versperrt mit einer gewissen Überlappung die optische Sicht zwischen Pumpe und Behälter, so dass jedes Öl molekül, das von unten nach oben fliegt, mindestens einmal mit den gekühlten Blechen der Sperre in Berührung kommt. Eine weitere Senkung des Öldampfdrucks im Vakuumbehälter ist durch tiefere Kühlung der Baffleflächen möglich und wird auch gelegentlich zur Erzeugung von Ultrahochvakuum mit Diffusionspumpen angewendet. Wenn ein tiefgekühltes Baffle benutzt wird, bei dessen Temperatur das Öl so steif wird, dass es nicht in die Pumpe zurückfließt, sollte ein Düsenhutbaffle zwischengeschaltet werden, damit die größte Menge des aufsteigenden Öls dort bei Kühlwassertemperatur kondensiert und in den Kreislauf der Pumpe zurückkehrt. Damit das an den Wänden kondensierte Öl nicht in den Rezipienten kriechen kann, werden die Dampfsperren

Abb. 14 Düsenhutdampfsperre, durch wärmeleitende Verbindung mit dem Pumpenkörper gekühlt: 1 Kappe der obersten Diffusionsdüse; 2 Düsenhut-Dampfsperre mit massiven wärmeleitenden Streben; 3 Hochvakuumflansch der Diffusionspumpe; 4 Dampfsteigrohr; 5 gekühlter Pumpenkörper



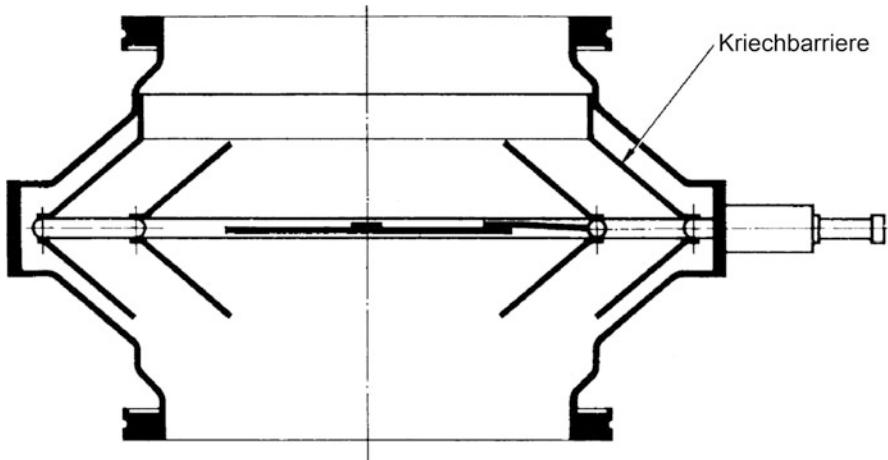


Abb. 15 Schnitt durch eine Schalendampfsperre

meistens mit einer Kriechbarriere versehen, die als dünnes Edelstahlblech mit geringem Wärmeleitwert das ungekühlte Gehäuse mit der gekühlten Schale des Baffles verbindet (Abb. 15). Der aufsteigende, kriechende Ölfilm wird so über die gekühlten Teile des Baffles geleitet und am Vordringen in den Rezipienten gehindert.

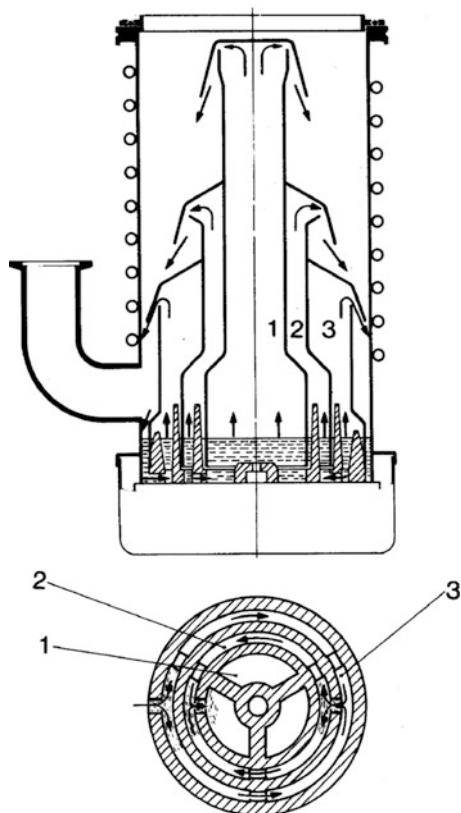
Jede Dampfsperre reduziert das am Vakuumbehälter wirksame Saugvermögen S_{eff} gegenüber dem Eigensaughvermögen S der Diffusionspumpe ohne Dampfsperre. Während mit einer in die Pumpe eingesetzten Düsenhutdampfsperre $S_{\text{eff}} \approx 0,9 S$ ist, wird bei Verwendung optisch dichter Dampfsperren $S_{\text{eff}} \approx 0,5 S$.

4.4 Fraktionieren, Entgasen

Die hochmolekularen Treibmittel sind keine einheitlichen Stoffe und lassen sich deshalb fraktionieren. Dies wird bei einer fraktionierenden Diffusionspumpe zur Verbesserung des Enddrucks ausgenutzt. Das Treibmittelöl fließt, nachdem es an der Innenwand des Pumpenkörpers herabgelaufen ist, radial nach innen zur Mitte des Heizraums. Dieser ist durch Barrieren in verschiedene ringförmige Verdampferräume aufgeteilt (Abb. 16). Das Öl tritt zunächst in den Verdampferraum der Vorvakuumstufe 3. Dort verdampfen vorzugsweise die leichten Bestandteile, während die dort nicht verdampfenden schwereren Anteile in den Verdampferraum der Zwischenstufe 2 gelangen. Dort werden wiederum vorwiegend die leichter flüchtigen Bestandteile verdampft, so dass in den Verdampferraum der Hochvakuumstufe 1 die Bestandteile fließen, die am schwersten verdampfbar sind und den geringsten Dampfdruck besitzen. Hierdurch erreicht man, dass am Pumpflansch ein niedrigerer Oldampfdruck herrscht als bei einer Pumpe ohne Fraktionierung.

Abb. 16 Dreistufige Diffusionspumpe mit Fraktionierung:

- 1 Verdampferraum der Hochvakuumstufe;
- 2 Verdampferraum der Zwischenstufe;
- 3 Verdampferraum der Vorpakuumstufe



In den hochmolekularen Treibmitteln entstehen durch die thermische und chemische Zersetzung laufend gewisse Mengen von leichteren Spaltprodukten mit wesentlich höherem Dampfdruck. Diese Spaltprodukte kondensieren nicht an den wassergekühlten Dampfsperren. Sie können nur durch tiefgekühlte Fallen kondensiert werden. Durch Anwesenheit solcher leichten Spaltprodukte kann das Endvakuum einer Diffusionspumpe um mehrere Zehnerpotenzen höher sein als es dem Gleichgewichtsdampfdruck des eigentlichen Treibmittels entspricht. Es ist deshalb wichtig, das Öl laufend von den leichtflüchtigen Bestandteilen zu befreien. Dies geschieht dadurch, dass der an der Innenwand des Pumpenkörpers herablaufende Ölfilm im unteren Bereich, d. h. unterhalb der Vorpakuumstufe, bis zu 150 °C über die Kühlwassertemperatur aufgeheizt wird. Man erreicht dies dadurch, dass man die Kühlslangen oder sonstige Kühlvorrichtungen des Pumpenkörpers so hoch in der Nähe der unteren Treibdüse enden lässt, dass der Dampf das herunterlaufende Kondensat auf die gewünschte Temperatur aufheizt. Die leichtflüchtigen Bestandteile verdampfen dann aus dem in den Siederaum zurückfließenden Treibmittel und werden im gasförmigen Zustand zusammen mit dem abgepumpten Gas durch das Vorpakuumrohr abgepumpt, wo sie auf Grund ihres hohen Dampfdrucks nicht kondensieren können. Gleichzeitig werden mit dieser Entgasungseinrichtung auch

leichtflüchtige Stoffe aus dem Vakuumprozess, sobald sie in die Pumpe eintreten, aus dem Pumpenöl entfernt. Auch ursprünglich im Treibmittel vorhandene Verunreinigungen werden so entfernt.

4.5 Betriebshinweise

Die Diffusionspumpen, bei denen die geschilderten Maßnahmen verwirklicht werden, ergeben zusammen mit gut angepassten Dampfsperren und mit leistungsfähigen Treibmitteln für viele Anwendungsfälle ausreichende Kohlenwasserstofffreiheit. Jedoch können bei Kühlwasserausfall, bei Fehlbedienung usw. zusätzlich Kohlenwasserstoffmengen in den Rezipienten gelangen. Man kann dieses Risiko durch Automatisierung des Pumpstands reduzieren. Hierbei lösen unvorhergesehene Ereignisse, wie Kühlwasser- und Stromausfall oder der Anstieg des Drucks im Rezipienten über eine bestimmte Grenze, geeignete Maßnahmen wie z. B. die Schließung eines Plattenvents über der Diffusionspumpe aus.

Auch der Ein- und Ausschaltvorgang wird automatisiert, wobei zu berücksichtigen ist, dass die heiße Pumpe nur mit Luft in Berührung kommen darf, wenn der Druck kleiner als einige 10 Pa ist. Diese Regel braucht aber nicht eingehalten zu werden, wenn die Anforderungen an Kohlenwasserstofffreiheit nicht hoch sind und wenn nur relativ kleine Luftmengen durch die heiße Pumpe treten (siehe ▶ Abschn. 3.1 in Kap. 36, „Arbeitstechnik im Hochvakuum“).

Besonderer Wert wird in Diffusionspumpen auch auf eine stoßfreie, gleichmäßige Verdampfung und einen guten und gleichmäßigen Wärmeübergang zum Treibmittel gelegt, damit Übertemperaturen, die zur Zersetzung führen, vermieden werden.

4.6 Saugvermögen, Vorvakumbeständigkeit, Hybridpumpen

Abb. 17 zeigt das Saugvermögen S einer Reihe von Diffusionspumpen als Funktion des Ansaugdrucks. Es ist typisch für Diffusionspumpen, dass das Saugvermögen in einem breiten Druckbereich konstant ist (vgl. auch Abb. 12). Dieser Wert wird als Nennsaugvermögen angegeben. Tab. 5 enthält weitere technische Daten dieser Pumpen. Das Saugvermögen hängt von der Gasart sowie von der Heizleistung und der Art des Treibmittels ab.

Abb. 18 zeigt das Verhalten einer Diffusionspumpe bei vorgegebenem Druck p_A auf der Ansaugseite, wenn der Druck p_V auf der Vorvakuumseite ansteigt. Bis zu einem kritischen Wert p_K des Vorvakuumdrucks p_V arbeitet die Pumpe normal, d. h., die Hochvakuumseite wird durch die Vorvakuumseite nicht beeinflusst. Bei $p_V = p_K$ hingegen wird der die Pumpwirkung erzeugende Überschalldampfstrahl (vgl. hierzu Abschn. 4.7) durch den zu groß gewordenen Gegendruck p_V zerstört, da er nicht mehr die Pumpenwand erreicht. Der Pumpmechanismus wird außer Kraft gesetzt, es erfolgt ein Durchbruch des Gases aus dem Vorvakuum in den abzupumpenden Behälter. Der

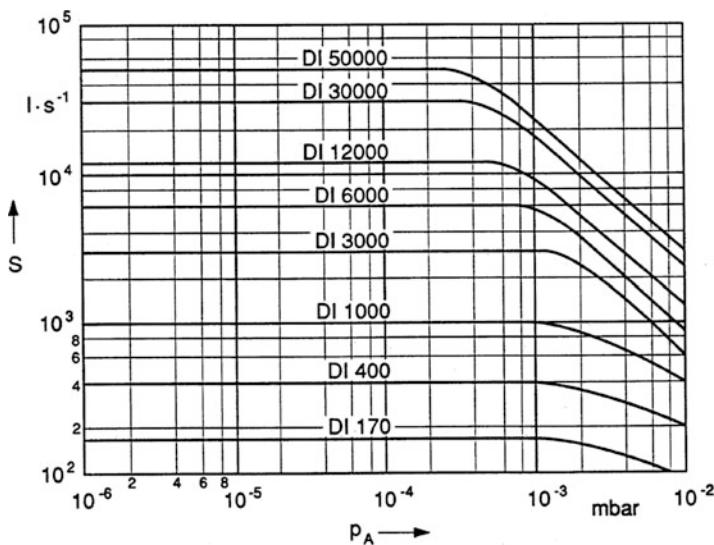
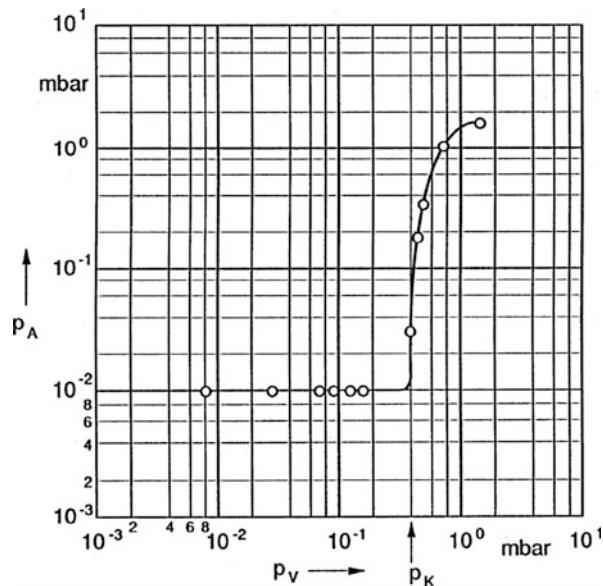


Abb. 17 Saugvermögen S als Funktion des Ansaugdrucks p_A für einige Öl-Diffusionspumpen. Die Parameterwerte an den Kurven bezeichnen das Nennsaugvermögen S_n

Tab. 5 Technische Daten einiger Öldiffusionspumpen

Pumpenart	180	410	1010	3000	6000	12000	30000	50000
Hochvakuumanschluss DN	65 LF	100 LF	150 LF	250 LF	350 LF	500 LF	800 LF	1000 LF
Vorvakuumanschluss DN	25 KF	25 KF	40 KF	50 KF	65 KF	100 LF	150 LF	150 LF
Saugvermögen für Luft								
Bei 1 Pa in L/s	100	200	400	600	950	1200	2400	3000
Bei 0,1 Pa in L/s	160	430	780	3000	6000	10 000	18 000	25 000
<0,01 Pa in L/s	180	410	1010	3000	6000	12 000	30 000	50 000
Arbeitsbereich in Pa	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Vorvakumbeständigkeit in Pa	40	50	40	50	50	50	50	50
Treibmittelfüllung min/max	30/ 70 cm³	70/ 180 cm³	0,1/ 0,5 L	0,6/ 1,2 L	1,2/ 2,4 L	2,5/5 L	8/16 L	17/ 35 L
Heizleistung für Abpumpen von Luft in W	450	800	1200	2200	3750	7500	19 800	26 400
Anheizzeit ca. in min	15	18	18	25	30	30	40	45
Kühlwasser Mindestdurchfluss in L/h	15	20	25	210	330	660	1200	2000
Masse in kg	6	9	18	26	60	145	380	630
Empfohlenes Saugvermögen der Vorvakumpumpe bei Ansaugdrücken im Dauerbetrieb								
> 0,01 Pa in m³/h	8	16	30	100	200	250	500	1000
< 0,01 Pa in m³/h	4	8	16	30	60	100	200	250

Abb. 18 Ansaugdruck p_A bei steigendem Druck p_V auf der Vorvakuumseite. Bei $p_V = p_K$ (Vorvakumbeständigkeit) bricht das Gas aus dem Vorvakuum zur Ansaugseite der Diffusionspumpe durch



kritische Druck $p_V = p_K$ wird daher als Vorvakuumfestigkeit oder Vorvakumbeständigkeit (siehe Tab. 5) bezeichnet.

Im folgenden Abschnitt wird klar, dass die Vorvakuumfestigkeit umso größer ist, je kleiner der Abstand zwischen Treibmitteldüse und Pumpenwand ist. Das hat zur Konsequenz, dass derselbe Wert der Vorvakumbeständigkeit bei großen Diffusionspumpen schwerer zu erreichen ist und in der Regel eine höhere Anzahl von Stufen erforderlich ist als bei kleinen.

Durch geeignete Wahl der Vorpumpe (siehe Beispiel 3 und Abschn. 6.3.1) muss dafür gesorgt werden, dass beim Betrieb der Pumpe, insbesondere bei höheren Ansaugdrücken p_A die Vorvakumbeständigkeit p_K nicht überschritten wird (typischerweise einige 10 Pa). Der Druck im Verdampferraum der Diffusionspumpe beträgt etwa 100 Pa bis 200 Pa, so dass die Vorpumpe zumindest auf etwa 50 Pa abpumpen muss. In der Regel gestaltet man die Diffusionspumpe so, dass auch $p_K = 50$ Pa ist, so dass der maximale Bereich ausgeschöpft werden kann.

Zur Erhöhung der Vorvakumbeständigkeit wird häufig die Diffusionspumpe mit einer oder mehreren Dampfstrahlstufen kombiniert, die auch als Ejektorstufen bezeichnet werden. Eine derartige Pumpe wird als *Hybrid-Pumpe* oder auch als Diffusions-Ejektorpumpe bezeichnet. Sie haben eine gegenüber den Diffusionspumpen erhöhte Vorvakumbeständigkeit. Hybrid-Pumpen mit Öl als Treibmittel werden bevorzugt zum Abpumpen großer Gas- oder Wasserdampfmengen eingesetzt, wobei Pumpen mit Nennsaugvermögen bis zu 10.000 L/s und mehr verwendet werden. Die Vorvakumbeständigkeit solcher Aggregate beträgt einige 100 Pa.

4.7 Berechnung der Funktionsgrößen von Diffusions- und Dampfstrahlpumpen anhand eines einfachen Pumpenmodells

Das Saugvermögen einer Diffusionspumpe wird aus der Größe des freien Ansaugquerschnitts und der Pumpwahrscheinlichkeit P_{Ho} berechnet. P_{Ho} wird auch Ho-Faktor genannt, nach einer Veröffentlichung von Ho im Jahr 1932 [10].

Im Folgenden soll anhand eines einfachen Modells zum Verständnis der Vorgänge in einer Diffusions- bzw. Dampfstrahlpumpe das Saugvermögen S (d. h. die geförderte Volumenstromstärke) bzw. die Pumpwahrscheinlichkeit P_{Ho} und deren Abhängigkeit von Gasart, Druck im Rezipienten, Treibmitteldaten sowie die Vakuumfestigkeit und einige andere charakteristische Größen berechnet werden.

Die Wirkung der Diffusionspumpe beruht auf der Impulsübertragung bei Zusammenstößen zwischen den abzupumpenden Gasmolekülen und den mit der Strahlgeschwindigkeit u strömenden Treibdampfmolekülen. Man kann versuchen, das Saugvermögen oder die Pumpwahrscheinlichkeit direkt aus den Stoßprozessen zu berechnen. Da eine solche Rechnung nur näherungsweise durchgeführt werden kann, geben die bisher bekannt gewordenen Ergebnisse die Erfahrung nur unvollkommen wieder [11, 12]. Eine brauchbare Übereinstimmung mit dem Experiment erhält man jedoch bereits durch ein verhältnismäßig einfaches Modell, das die Stoßprozesse pauschal erfasst. In diesem Modell wird die Wechselwirkung des abgepumpten Gases mit dem Dampfstrahl als ein Diffusionsvorgang angesehen. Dies entspricht der Gaedeschen Vorstellung [13], auf der auch die Bezeichnung Diffusionspumpe beruht, und den später von Jaeckel [3] durchgeföhrten Berechnungen, die erstmals realistische Werte des Saugvermögens ergaben. Die Anwendung des Diffusionsbegriffs ist dadurch sinnvoll, dass Diffusion nichts anderes als ein makroskopisch beobachtbarer Vorgang ist, der auf der Statistik von Einzel-(Stoß-)Prozessen beruht (vgl. auch ► Abschn. 4 in Kap. 4, „Transportspezialitäten von Gasen“).

Weitere Diskussionen der Theorie der Diffusionspumpe sind in den Referenzen [9, 14–17] zu finden.

Zur Herleitung des vereinfachten Diffusionspumpenmodells dient Abb. 19, das die obere Stufe einer Diffusionspumpe darstellt. Der Dampfstrahl S-S tritt aus der ringförmige Treibdüse T (Breite δ , Fläche A^*) aus, die durch das obere Ende des Dampfrohrs DR und die Düsenkappe D gebildet wird. Er hat die Form eines Hohlkegels, der innen durch DR, außen durch eine unscharfe (diffuse) glockenförmige Zone¹ begrenzt wird. Die äußere Grenze wird nun vereinfachend als durch eine Kegelmantelfläche gebildeter scharfer Strahlrand SR angenommen, die sich in Fortsetzung der Düsenkappe D von D_0 nach PK_2 erstreckt; eine Mantellinie dieser Fläche wird als y -Achse (Nullpunkt in D_0 , Schnittpunkt mit der Pumpenkörperfläche in PK_2 bei $y = y_2$) eingeführt.

¹Eine ausführliche Diskussion der Expansion (Aufweitung) eines Dampfstrahls im Hochvakuum und der Strahlgrenze findet sich in [18].

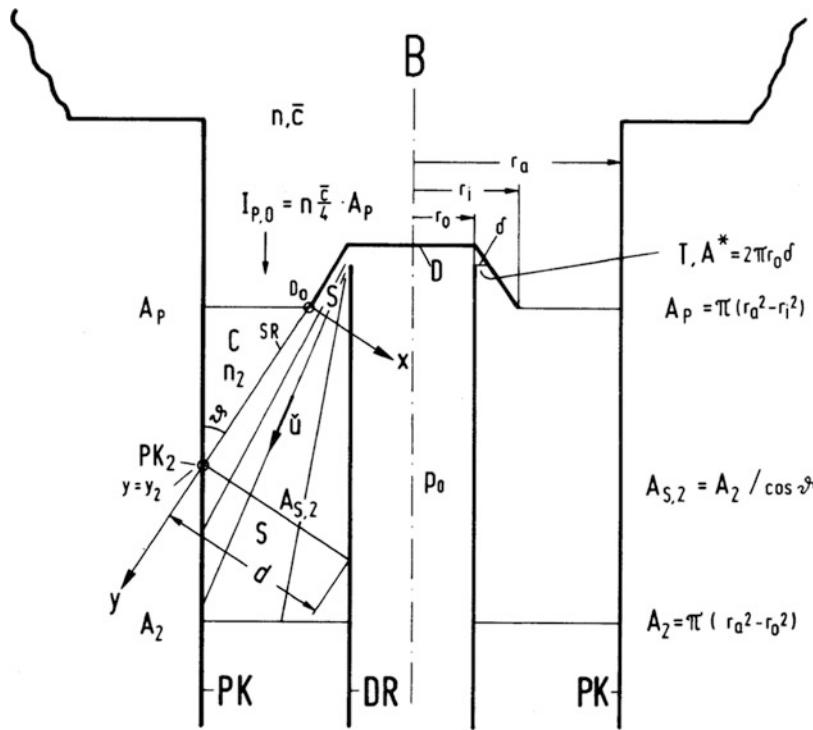


Abb. 19 Zur Berechnung der Funktionsgrößen einer Diffusionspumpe in der obersten Stufe

Die aus dem (großen) Behälter B abzupumpenden Gasmoleküle (Teilchenanzahl-dichte n_G , mittlere thermische Geschwindigkeit \bar{c}) strömen mit der Stromstärke (► Abschn. 1 in Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“, (Gl. 2))

$$I_{P,0} = n_G \frac{\bar{c}}{4} A_p \quad (10)$$

durch den Pumpringspalt mit der Fläche A_p , treffen auf SR und diffundieren in den Treibstrahl S-S ein. Die Dampfstrahlmoleküle, deren Dichte n_D wesentlich größer als die Dichte n_G der eindiffundierten Gasmoleküle ist, besitzen neben ihrer thermischen Geschwindigkeit \bar{c}_S eine Vorzugsgeschwindigkeit in Strahlrichtung = Strahlgeschwindigkeit u . Sie stoßen mit den eindiffundierten Gasmolekülen zusammen und erteilen diesen ebenfalls eine Vorzugsgeschwindigkeit in Strahlrichtung. Weil sich die mittleren Geschwindigkeiten der Moleküle der Komponenten eines Gasgemisches schon nach wenigen Stößen angleichen, können wir annehmen, dass sich auch die Gasmoleküle mit der Vorzugsgeschwindigkeit u in Strahlrichtung bewegen. Wegen $n_D \gg n_G$ und $m_D > m_G$ (m = Molekülmasse) wird der Strahl kaum „gebremst“, sondern die Gasmoleküle „werden mitgenommen“.

Auf diese Weise wird ein Gasstrom I_2 durch den Strahlquerschnitt $A_{S,2}$ nach unten geführt und in den Vorrakuumraum gefördert. Nun ist I_2 nicht gleich $I_{P,0}$, sondern kleiner, weil nicht jedes Molekül, das aus B durch A_P nach unten fliegt, in den Strahl diffundiert und gepumpt wird, sondern einige Moleküle durch Rückdiffusion, Reflexion an der Wand oder einen anderen Prozess wieder durch A_P nach B zurückfliegen können. Nennt man die Wahrscheinlichkeit für das Zurückfliegen $1 - P_{Ho}$, d. h. die Pumpwahrscheinlichkeit P_{Ho} , so ergibt sich für das Saugvermögen mit Gleichung (Gl. 10) die Gleichung

$$S = \frac{I_{P,0}}{n_G} P_{Ho} = \frac{\bar{c}}{4} A_p P_{Ho} = S_0 P_{Ho} \quad (11)$$

S_0 ist das Saugvermögen einer idealen Pumpe ohne Rückströmung. Die Pumpwahrscheinlichkeit P_{Ho} , wird auch, wie bereits erwähnt, Ho-Faktor genannt [10, 19].

Diese Rückströmung hat auch zur Folge, dass im Raum C (zwischen A_P , PK und SR) eine Teilchenanzahldichte n_2 der Gasmoleküle herrscht, die kleiner als n_G ist. Die Gesamtstromstärke durch A_P ist gleich der Stromstärke von B nach C minus der Stromstärke von C nach B

$$I_{Ges} = n_G \frac{\bar{c}}{4} A_P - n_2 \frac{\bar{c}}{4} A_P \quad (12)$$

Mit $I_{Ges} = S n_G$ gilt

$$S = \frac{\bar{c}}{4} A_P \left(1 - \frac{n_2}{n_G} \right) \quad (13)$$

woraus mit Gl. 11 der Zusammenhang

$$P_{Ho} = 1 - \frac{n_2}{n_G} \quad (14)$$

folgt. n_2 ist noch unbekannt. Zu seiner Bestimmung – und damit zur Bestimmung von P_{Ho} – wird der Diffusionsvorgang aus C in S-S im Folgenden näher untersucht.

Zur Berechnung des Diffusionsvorgangs aus C in S-S vereinfacht man das Modell weiter, was sich aus der Diffusionstheorie näherungsweise rechtfertigen lässt, aber hier der Länge wegen nicht gezeigt werden kann. Abb. 20 gibt diese Vereinfachung. Man ersetzt den kegelförmigen Treibstrahl zunächst durch einen röhrenförmigen mit den Radien r_i und $r_i - d$, in dem eine Parallelströmung der konstanten Geschwindigkeit u_2 herrscht (im kegelförmigen Strahl ist die Geschwindigkeit an der Düse anders als unten) und in dem überall die konstante Treibdampfteilchenanzahldichte $n_{D,2}$ herrscht. Schließlich wickelt man den röhrenförmigen Strahl zu einem Band der Länge y_2 , der Breite d und der rechteckigen Grundfläche $A_{S,2}$ ab. Dann hat man es mit einem ebenen Diffusionsproblem zu tun.

Abb. 20 Vereinfachtes Modell einer Diffusionspumpe zur Berechnung des Saugvermögens

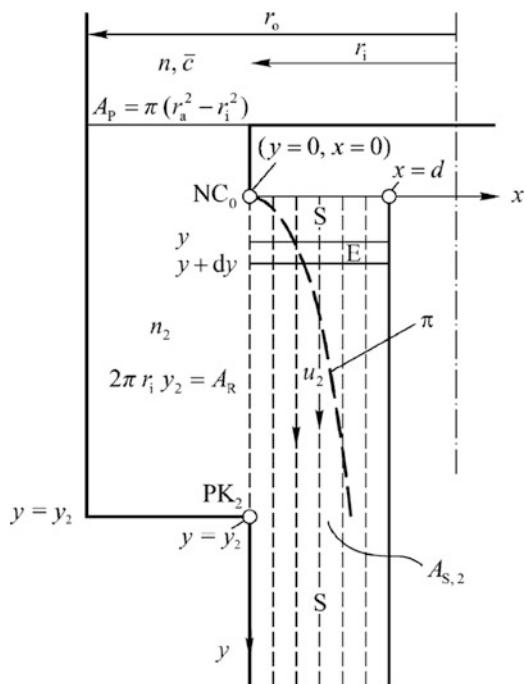
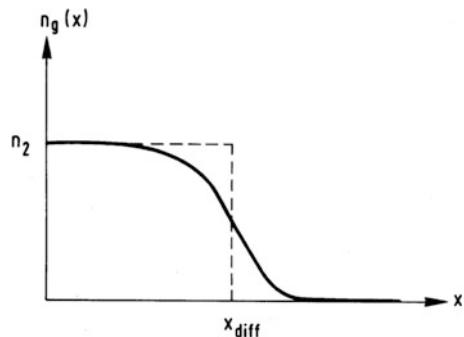


Abb. 21 Teilchenanzahl-dichte im Treibstrahl und Idealisierung durch eine Rechteck-Verteilung



Wir betrachten nun ein Element E dieses Bandstrahls zwischen y und $y + dy$. Am linken Rand dieses Elements herrscht dauernd die Gasteilchenanzahldichte n_2 . Würde E ruhen und zur Zeit $t = 0$ gasfrei sein (nur Treibdampfmoleküle), so würde sich nach der Zeit t eine Verteilung der eindiffundierten Gasmoleküle $n_G(x)$ nach Abb. 21 ergeben. Die Diffusionstheorie gibt für den Ort des „Halbwerts“

$$x_{\text{diff}} \approx \sqrt{Dt} \quad (15)$$

wenn D der Diffusionskoeffizient des Gases im Treibdampf ist.

Als weitere Vereinfachung ersetzt man die in Abb. 21 dargestellte Kurve $n_G(x)$ durch einen Sprung bei $x = x_{\text{diff}}$, so dass das Element im Bereich $x = 0$ bis $x = x_{\text{diff}}$, mit $n_G = n_2$ gefüllt, für $x > x_{\text{diff}}$, „leer“ ist. Verfolgt man nun das Strahlelement E bei seiner Bewegung in y -Richtung von D_0 nach PK_2 , befindet es sich zurzeit t an der Stelle $y = u_2 t$ und ist „gefüllt“ bis zur Koordinate

$$x_{\text{diff}} = \sqrt{Dy/u_2}$$

also bis zur Parabel Π (Abb. 20). Nun lässt sich der durch $A_{S,2}$ geförderte Strom der Gasteilchen berechnen, wobei man zu berücksichtigen hat, dass in unserem Modell nur durch den Bruchteil $x_{\text{diff},2}/d$ der Fläche $A_{S,2}$ Gasteilchen (vgl. Abb. 20) fließen; es ergibt sich

$$I_2 = n_2 u_2 A_{S,2} \frac{x_{\text{diff},2}}{d} = n_2 u_2 \frac{A_2}{\cos \vartheta} \frac{x_{\text{diff},2}}{d} \quad (16)$$

I_2 wird ein Maximum, wenn $x_{\text{diff},2} = d$ ist. Dies lässt sich bei der Konstruktion von Diffusionspumpen dadurch erreichen, dass die Weite δ der Düsen und die Heizleistung aufeinander abgestimmt gewählt werden. Dadurch kann man u_2 und D passend einstellen. Dann wird

$$I_2 = n_2 u_2 \frac{A_2}{\cos \vartheta} \quad (17)$$

Nunmehr lassen sich das Saugvermögen S und die Pumpwahrscheinlichkeit P_{Ho} berechnen, indem man den Teilchenanzahlstrom durch A_p nach Gl. 12 demjenigen durch A_2 nach Gl. 16 gleichsetzt. Man erhält dann einen Ausdruck von n_2 , der, in Gl. 14 eingesetzt, die Pumpwahrscheinlichkeit

$$P_{\text{Ho}} = \frac{1}{1 + \frac{A_p \cos \vartheta}{A_2} \cdot \frac{\bar{c}}{4u_2} \cdot \frac{d}{x_{\text{diff},2}}} \quad (18)$$

ergibt und das Saugvermögen

$$S = A_p \frac{\bar{c}}{4} \cdot \frac{1}{1 + a \frac{\bar{c}}{4u_2}} \quad (19)$$

mit $a = A_p \cos \vartheta \cdot d/(A_2 x_{\text{diff},2})$.

In einigen Diffusionspumpen wird das Saugvermögen erhöht, indem das Gehäuse in der Nähe der ersten und zweiten Stufe bauchförmig ausgeweitet wird. Dadurch erhöht sich die Kontaktlänge des Treibmittelstrahls mit dem zu pumpenden Gas und dadurch $x_{\text{diff},2}$.

In Dampfstrahlpumpen ist der Dampfdruck wesentlich höher als in Diffusionspumpen. Deshalb ist auch der Diffusionskoeffizient D des Gases im Dampf entsprechend klein, so dass wegen Gl. 15 $x_{\text{diff},2} \ll d$ wird. Dann kann man die 1 im Nenner von Gl. 18 vernachlässigen und erhält die Pumpwahrscheinlichkeit

$$P_{\text{Ho, Dampfstrahlpumpe}} = b \frac{4u_2 x_{\text{diff},2}}{A_p \bar{c}} \quad (20)$$

und das Saugvermögen

$$S_{\text{Dampfstrahlpumpe}} = bu_2 x_{\text{diff},2} \approx 2\pi r_a x_{\text{diff},2} u_2 \quad (21)$$

mit der Abkürzung

$$b = \frac{A_2}{d \cos \vartheta} \approx 2\pi r_a \quad (22)$$

vgl. Abb. 19.

Gl. 19 sagt aus, dass S unabhängig vom Gasdruck p_A bzw. der Teilchenanzahl-dichte n am Ansaugstutzen ist. Sie beschreibt damit das horizontale Kurvenstück in Abb. 17 richtig, der Abfall von S zu höheren Drücken wird weiter unten zu diskutieren sein. Die Abhängigkeit des Saugvermögens von der Gasart ist in $\bar{c} \propto 1/\sqrt{M_{\text{molar}}}$ (vgl. Gl. 43 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) enthalten, das zweimal explizit in Gl. 19 vorkommt, und implizit im Faktor a , wo es in der Diffusionslänge Gl. 15 im Diffusionskoeffizienten D (Gl. 42 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“) verborgen ist. Das Verhältnis $S(\text{gas})/S(\text{luft})$ des Saugvermögens für ein beliebiges Gas zum Saugvermögen für Luft wird daher mit $a_{\text{gas}} \propto M^{1/4}$.

$$\frac{S_{\text{gas}}}{S_{\text{luft}}} = \left(\frac{M_{r,\text{luft}}}{M_{r,\text{gas}}} \right)^{1/2} \frac{1 + a_{\text{luft}} \bar{c}_{\text{luft}} / 4u_2}{1 + (a_{\text{luft}} \bar{c}_{\text{luft}} / 4u_2) (M_{r,\text{luft}} / M_{r,\text{gas}})^{1/4}} \quad (23)$$

Abb. 22 zeigt Saugvermögenskurven für verschiedene Gase [20]. Das hier benutzte Modell erklärt nicht nur die Höhe des horizontal verlaufenden Teils der Saugvermögenskurven, sondern auch, wie im Folgenden qualitativ skizziert wird, das Verhalten der Diffusionspumpe bei Druckänderungen auf der Vorpunktseite, den Abfall des Saugvermögens bei hohen Ansaugdrücken und die Entstehung eines Saugvermögensmaximums bei Feinvakuum-Diffusionspumpen und Dampfstrahl-Vakuumpumpen.

Wir unterscheiden die Vorpunktfestigkeit p_K als kritischen Wert des Drucks p_V auf der Vorpunktseite, bei dessen Überschreiten die Pumpwirkung aufhört (Abb. 18), und das Kompressionsverhältnis p_V/p_A , das meistens so hoch ist, dass es keinen Einfluss auf das Endvakuum und das Saugvermögen hat. Nur bei leichten Gasen, wie zum Beispiel Wasserstoff, muss das Kompressionsvermögen unter Umständen berücksichtigt werden.

Ähnlich wie bei Dampfstrahlpumpen kann auch bei Diffusionspumpen der Druckanstieg vom Hochvakuum zum Vorpunkt über einen Verdichtungsstoß

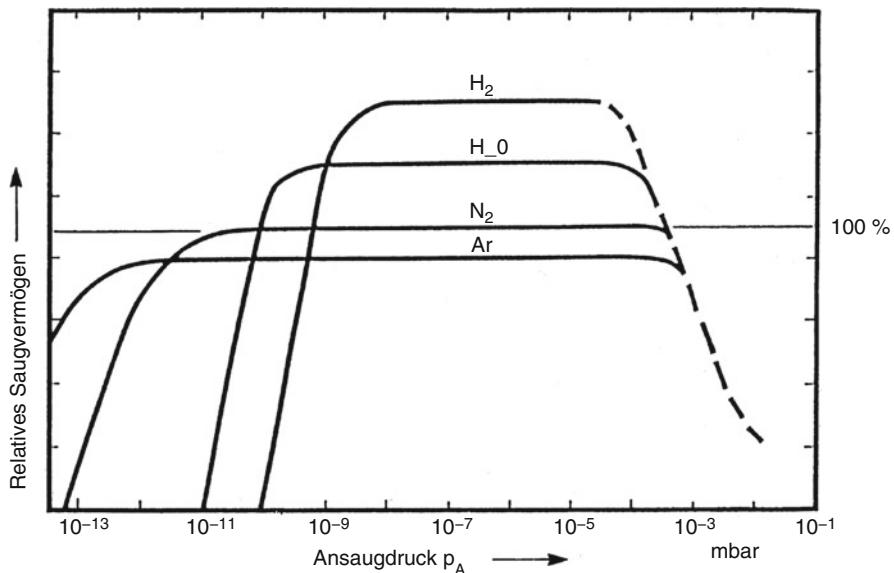


Abb. 22 Typische Saugvermögen einer Diffusionspumpe in Abhängigkeit vom Ansaugdruck p_A und der Gasart [20]

erfolgen (siehe ► Abschn. 1.7 in Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“). Wenn der Druck auf der Vorvakuumseite infolge eines erhöhten Gasstroms durch die Pumpe oder durch Einlass in die Vorvakuumseite der Pumpe ansteigt, dann verschiebt sich der Stoß stromaufwärts, bis er die Stelle PK_2 erreicht (Abb. 19). An dieser Stelle ist das Flächenverhältnis des Treibstrahls A^*/A_2 (Abb. 19). Nach einer Kurve der ► Abb. 16 in Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“ lässt sich das Ruhedruckverhältnis als Funktion des Flächenverhältnisses $\iota = A^*/A_2$ (= Stromdichteverhältnis)

$$\frac{\hat{p}_0}{p_0} = f\left(\frac{A^*}{A_2}\right) \quad (24)$$

bestimmen. Daraus folgt der gesuchte Ruhedruck \hat{p}_0 hinter dem Verdichtungsstoß

$$\hat{p}_0 = p_0 f\left(\frac{A^*}{A_2}\right) \quad (25)$$

der also proportional zum Ruhedruck p_0 des Treibstrahls im Siedegefäß ist.

Für alle Werte des vorvakuumseitigen Drucks p_V , für die $p_V < (\hat{p}_0)_2$ (\hat{p}_0 an der Stelle PK_2) gilt, erreicht der Treibstrahl die Pumpenwand W und dichtet den Hochvakuumraum gegen den Vorvakuumraum ab, die Pumpe arbeitet normal. Wenn jedoch der Druck auf der Vorvakuumseite über den Ruhedruck des Stoßes an der Stelle PK_2 ansteigt, also $p_V > (\hat{p}_0)_2$ ist, dann verschiebt sich die Stoßfront so weit

nach oben, dass der Überschallstrahl die Wand nicht mehr erreicht und das gepumpte Gas zwischen Strahl und Pumpenwand zurückströmt. Die Pumpenwirkung bricht zusammen. Die Vorvakuumfestigkeit ist also

$$p_K = (\hat{p}_0)_2 = p_0 f \left(\frac{A^*}{A_2} \right) \quad (26)$$

Das Flächenverhältnis A^*/A_2 ist durch die Geometrie der Pumpe festgelegt, der Ruhedruck p_0 im Siedekessel hängt linear von der zugeführten Heizleistung ab. Deshalb besteht in bestimmten Grenzen ein linearer Zusammenhang zwischen Vorvakuumfestigkeit und Heizleistung.

Das Kompressionsverhältnis $(p_V/p_A)_0$ beim Pumpstrom (Förderstrom) Null, in dem Falle also, bei dem für jeden Querschnitt A_y an der Stelle $y > y_2$ (Abb. 20) $I_N = \dot{N} = 0$ ist, finden wir durch Gleichsetzen des durch A_y nach unten gerichteten Konvektionsstroms mit dem nach oben gerichteten Difusionsstrom

$$A_y n(y) u_2 = A_y D \frac{dn}{dy} \quad (27)$$

Integration dieser Differentialgleichung mit den Randbedingungen $n(y_2) = n_2$, $n(y_2 + L) = n_L$ und Verwendung der idealen Gasgleichung 19 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ führt zu

$$\frac{p_V}{p_A} = \frac{n_L}{n_2} = \exp \left(\frac{u_2 L}{D} \right) \quad (28)$$

Bei der Integration ist sowohl u_2 als auch $D \propto n_D^{-1}$ (wegen $n \ll n_D$) konstant gesetzt worden. (Vgl. Gl. 28 mit Gl. 8, wo D etwas anders definiert wurde.) Da die Dampfdichte n_D näherungsweise proportional zur Heizleistung \dot{Q} ist, kann Gl. 28 auch in der Form

$$\log p_A = \log p_V - \text{const.} \cdot \dot{Q} \quad (29)$$

geschrieben werden, woraus für einen vorgegebenen Vorvakuumdruck p_V für die Abnahme des hochvakuumseitigen Drucks folgt

$$\frac{\log p_{A,2} - \log p_V}{\log p_{A,1} - \log p_V} = \frac{\dot{Q}_2}{\dot{Q}} \quad (30)$$

Gl. 29 stellt eine Gerade mit der Steigung 1 dar. Die in Abb. 23 gezeigte Messung wird durch diesen linearen Zusammenhang recht gut beschrieben. Auch Gl. 30 lässt sich an Hand der Messung prüfen: Aus Abb. 23 entnimmt man z. B. für $p_V = 0,1 \text{ Pa}$ (10^{-3} mbar), $p_A = 6 \cdot 10^{-5} \text{ Pa}$ ($6 \cdot 10^{-7} \text{ mbar}$) für $\dot{Q} = 260 \text{ W}$ und $p_A = 1,5 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}$ ($1,5 \cdot 10^{-8} \text{ mbar}$) bei $\dot{Q} = 374 \text{ W}$. Diese Werte geben für die linke Seite

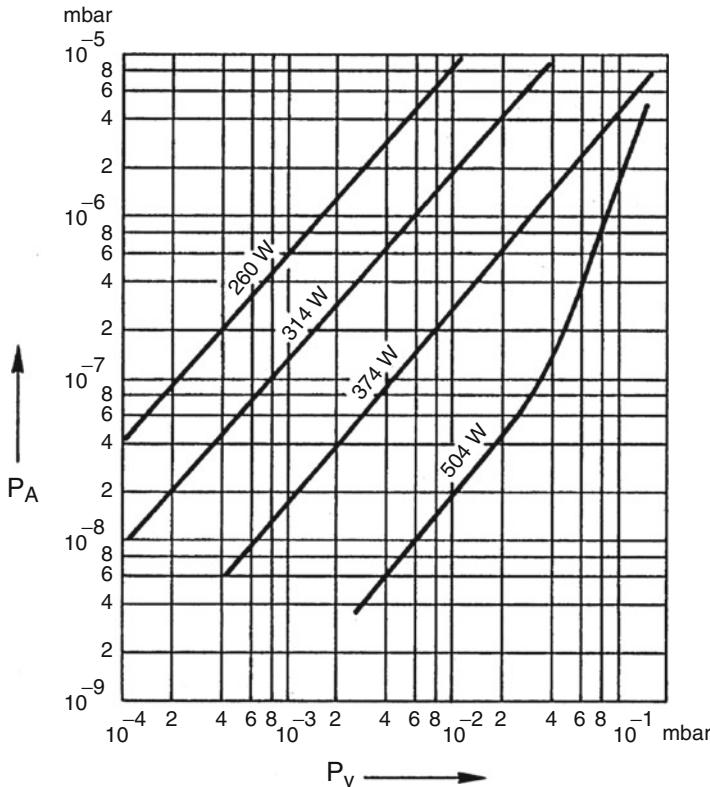


Abb. 23 Hochvakuumseitiger Druck p_A beim Förderstrom $\dot{N} = 0$ (Enddruck) in Abhängigkeit vom vorvakuumseitigen Druck p_v . p_v wird durch Lufteinlass in das Vorpakuum verändert. Parameter: Heizleistung \dot{Q}

von Gl. 30 den Wert 0,67, für die rechte den Wert 0,7 in befriedigender Übereinstimmung. Man erkennt aus Abb. 23, dass sich die Vorpakumfestigkeit, die maximale Saugleistung sowie das Kompressionsverhältnis mit zunehmender Heizleistung erhöht. Der Enddruck wird jedoch wegen der erhöhten Dichte der Teilchen des Treibmittelstrahls erhöht. Auch das Saugvermögen nimmt jenseits eines bestimmten Wertes von \dot{Q} wieder ab. Position und Höhe des Maximums ist gasartabhängig.

5 Vergleich Diffusionspumpen – Dampfstrahlpumpen

Das einfache Diffusionspumpenmodell (Abschn. 4.7) eignet sich auch zur Beschreibung der Vorgänge in Dampfstrahlpumpen. Der Übergang von einer Diffusionspumpe zu einer Dampfstrahlpumpe ist fließend. Abb. 24 zeigt 3 Saugvermögenskurven einer als Dampfstrahlpumpe konstruierten Pumpe für 3 verschiedene Heizleistungen \dot{Q} . Bei der kleinen Heizleistung von 50 Watt ergibt sich der für

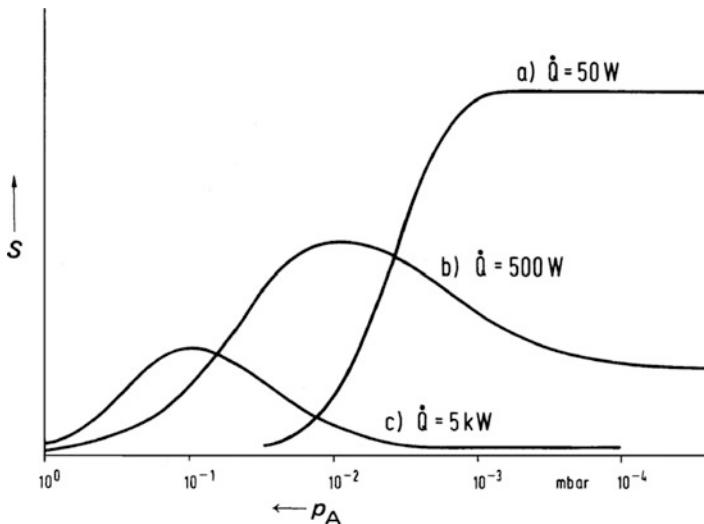


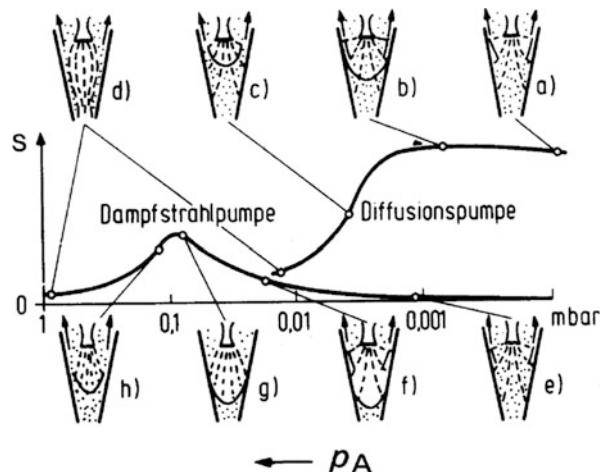
Abb. 24 Saugvermögen S einer einstufigen Treibmitteldampfpumpe in Abhängigkeit vom Ansaugdruck p_A für verschiedene Heizleistungen \dot{Q} . a) Typischer Verlauf für die Hochvakuumstufe einer Diffusionspumpe. b) Typischer Verlauf für die Vorpakuumstufe einer Diffusionspumpe. c) Typischer Verlauf für eine Dampfstrahlpumpe

Diffusionspumpen typische flache Verlauf im Bereich niedriger Ansaugdrücke und ein steiler Abfall bei $p_A = 0,1 \text{ Pa}$ (10^{-3} mbar). Die Dampfstrahlpumpe arbeitet also bei geringerer Heizleistung als die Diffusionspumpe. Bei einer Erhöhung der Heizleistung auf 500 Watt wird ein Zwischenzustand erreicht, bei dem die Kurve für Ansaugdrücke p_A kleiner als 10^{-2} Pa (10^{-4} mbar), wie bei der Diffusionspumpe, flach verläuft, dann aber zu höheren Drücken hin ansteigt, bei $p_A = 1 \text{ Pa}$ (10^{-2} mbar) ein Maximum erreicht und schließlich wie bei der Diffusionspumpe, steil abfällt. Bei der für die Dampfstrahlpumpe normalen Heizleistung $\dot{Q} = 5 \text{ kW}$ entsteht das für Dampfstrahlpumpen typische Saugvermögensmaximum und ein Abfall des Saugvermögens bei niedrigen Drücken auf einen Wert $S \approx 0$.

In Abschn. 4.7 wurde die Größe des Saugvermögens einer Diffusionspumpe im flach verlaufenden Kurventeil aus dem Modell abgeleitet. Nun soll gezeigt werden, dass auch der Abfall der Kurve bei hohen Drücken und das Maximum der Kurve einer Dampfstrahlpumpe mit dem Modell qualitativ erklärt werden können.

Bei der Diffusionspumpe ist der Ansaugdruck so niedrig, dass die Expansion des Strahles praktisch nicht durch das umgebende Gas behindert wird. Im Gegensatz hierzu führt bei der Dampfstrahlpumpe gerade die Behinderung der Expansion des Dampfstrahles im Bereich höherer Ansaugdrücke p_A zu der Ausbildung des Saugvermögensmaximums. Deshalb muss bei der Dampfstrahlpumpe der Einfluss des Ansaugdruckes auf die Form des Treibdampfstrahles berücksichtigt werden, besonders die Verlagerung der Strahlgrenze, die in Abb. 19 durch die y -Achse dargestellt wird. Dies zeigt schematisch Abb. 25.

Abb. 25 Saugvermögen S und schematische Darstellung der Vorgänge in der Pumpe in Abhängigkeit vom Ansaugdruck p_A . Die Punktdichte veranschaulicht die Luftdichte, die gestrichelten Linien sind Stromlinien, die ausgezogenen Linien Verdichtungsstöße



Hier sind die für Diffusionspumpen und Dampfstrahlpumpen typischen Kurven des Saugvermögens S in Abhängigkeit vom Ansaugdruck p_A gezeigt. Für die mit a–h bezeichneten Punkte dieser Kurven sind schematische Darstellungen des Düsensystems und der jeweils dem Punkt zuzuordnende Verlauf des Dampfstrahles dargestellt. Man erkennt, dass im Bereich niedriger Ansaugdrücke (Punkte a, b, e und f) die Form des Dampfstrahles praktisch unabhängig vom Ansaugdruck p_A ist. Nur auf der Druckseite im unteren Teil des Strahles hat sich bei erhöhten Ansaugdrücken (Punkte b und f) ein Verdichtungsstoß gebildet, an dessen Stelle der Druck auf den Wert des Druckes auf der Vorvakuumseite sprungartig ansteigt, ähnlich wie es in Abschn. 4.7 beschrieben wurde. Bei der Diffusionspumpe (Punkte a und b) trifft der Strahlrand, der durch die y -Achse bezeichnet wird, flach auf die Pumpenwand, und da das Gas tief eindringt, wird sein größter Anteil mit dem Dampfstrahl nach unten befördert, das Saugvermögen ist groß, aus dem Strahlrand strömt nur ein verschwindend kleiner Anteil Gas nach oben zurück.

Im Fall der Dampfstrahlpumpe dringt jedoch das abgepumpte Gas wegen des höheren Dampfdruckes nur in den äußeren Strahlrand ein (vgl. Gl. 20 bis Gl. 22). Im Bereich niedriger Ansaugdrücke $p_A < 1 \text{ Pa}$ (10^{-2} mbar) (Punkte e und f) kann der Dampfstrahl nahezu ungehindert expandieren. Der Strahlrand trifft also steil auf die Pumpenwand ($\vartheta \approx 90^\circ$) und das eingedrungene Gas strömt, anstatt nach unten, in den Behälter nach oben zurück. Das Saugvermögen ist verschwindend klein.

Wenn der Ansaugdruck auf $p_A \approx 10 \text{ Pa}$ ($0,1 \text{ mbar}$) steigt (Punkt g), kann der äußere Rand des Dampfstrahles nicht so stark expandieren wie bei den niedrigen Ansaugdrücken (e und f). Der Dampfstrahl wird also stärker gebündelt. Die Schnittlinie der Strahloberfläche (y -Achse) schneidet die Pumpenwand unter einem wesentlich kleineren Winkel ϑ . Dies führt dazu, dass das Gas, obgleich es nur in den äußeren Rand des Dampfstrahls eingedrungen ist, nach unten befördert wird und das für Dampfstrahlpumpen charakteristische Maximum der Saugvermögenskurve entsteht. Bei weiterer Erhöhung des Ansaugdruckes p_A beginnt dann eine Rückströ-

mung aus dem Vorvakuumraum, weil der Verdichtungsstoß, der sich wie bei der Diffusionspumpe bildet, so weit stromaufwärts wandert, dass eine Verbindung zwischen dem Ansaugraum und dem Raum auf der Vorvakuumseite in der Nähe der Pumpenwand entsteht (Punkt h). Dies ist analog zu dem Diffusionspumpenfall (c). Bei noch weiterer Erhöhung des Ansaugdruckes (d) ist praktisch kein Pumpeneffekt mehr zu erreichen, weil das durch den Strahl geförderte Gas fast vollständig zwischen dem jetzt an seiner Expansion stark gehinderten Dampfstrahl und der Pumpenwand zurückströmt. Dies gilt in gleicher Weise für die Diffusionspumpe und die Dampfstrahlpumpe. Aus diesen Überlegungen ist zu folgern, dass Gl. 22 für das Saugvermögen der Dampfstrahlpumpe für den Wert S im Maximum der Kurve gilt. Eine quantitative Beschreibung des Verlaufs der gesamten Kurve müsste die Veränderung des Dampfstrahles mit dem Ansaugdruck und dem Druck auf der Vorvakuumseite berücksichtigen sowie eine genauere Kenntnis darüber, wieviel Gas aus den Randgebieten des Dampfstrahles in Abhängigkeit vom Auf treffwinkel nach oben strömt. Die Form des Dampfstrahles unter den in Diffusions- und Dampfstrahlpumpen herrschenden Bedingungen wurde sowohl experimentell durch Sichtbarmachen von Quecksilber- und Öldampfstrahlen durch eine hochfrequente Gasentladung als auch theoretisch durch Anwendung von gasdynamischen Methoden untersucht [21, 22].

Literatur

1. VDMA 24292 Blatt 2. Dampfstrahl-Vakuumpumpen und Dampfstrahl-Verdichter, Messregeln. (1971)
2. Gaede, W.: Deutsche Patentnummer 286 404 (1913)
3. Jaeckel, R.: Kleinstre Drücke, S. 140 ff. Springer-Verlag, Berlin/Göttingen/Heidelberg (1950)
4. Rettinghaus, G., Huber, W.K.: Backstreaming in diffusion pumps, Trans. 6th Int. Vacuum Congress, Kyoto, 1974, und Vacuum **24**, 249 (1974)
5. Holland, L.: Vacuum **20**, 175 (1970)
6. Hablanian, M.H., Maliakal, J.C.: J. Vac. Sci. Technol. **10**, 58 (1973)
7. Meyer, D.E.: J. Vac. Sci. Technol. **11**, 168 (1974)
8. Burch, C.R.: Nature **122**, 729 (1978)
9. O'Hanlon, J.F.: A User's Guide to Vacuum Technology. 2. Aufl., S. 215. Wiley, New York (1989)
10. Ho, T.L.: Physics **2**, 386 (1932)
11. Florescu, N.A.: Vacuum **10**, 250 (1960); Vacuum **13**, 560 (1963)
12. Toth, G.: Vakuumtechnik **16**, 41 (1960)
13. Gaede, W.: Ann. Phys. **41**, 337 (1913); Ann. Phys. **46**, 357 (1915)
14. Dayton, B.B.: Diffusion and diffusion-ejector pumps. In: Lafferty, J.M. (Hrsg.) Foundations of Vacuum Science and Technology, S. 202. Wiley, New York (1998)
15. Dushman, S., Lafferty, J.M.: Scientific Foundations of Vacuum Technique. Wiley, New York (1962)
16. Power, B.D.: High Vacuum Pumping Equipment. Chapman & Hall, London, (1966)
17. Beck, A.H.: Handbook of Vacuum Physics, Bd. 1: Gases and Vacua, Pergamon Press, Oxford (1966)
18. Nöller, H.G.: J. Vac. Sci. Technol. **3**(4), 202 (1966)
19. Fowler, P., Bock, F.J.: J. Vac. Sci. Technol. **7**, 507 (1970)

20. Hablanian, M.: Performance characteristics of displacement type vacuum pumps. *J. Vac. Technol. A* **4**(3), 286–292 (1986)
21. Nöller, H.G.: Theory of Vacuum Diffusion Pumps. In: Beck, *Handbook of Vacuum Technology*, Part **6**, 322 (1966)
22. Wutz, M.: Molekular-kinetische Deutung der Wirkungsweise von Diffusionspumpen. Friedr. Vieweg & Sohn, Braunschweig (1969)

Weiterführende Literatur

- Hablanian, M.H.: *Diffusion Pump Technology*, Trans. 6th Int. Vacuum Congress, Kyoto (1974)
Duval, P.: *Le Vide* **24**, 83 (1969)
Jorisch, W.: *Vakuumtechnik in der Chemischen Industrie*. Wiley-VCH Verlag GmbH., S. 35 ff. (1999)



Molekular- und Turbomolekularpumpen

19

Karl Jousten

Zusammenfassung

In diesem Kapitel werden die in der Hochvakuumtechnik sehr bedeutsamen Molekularpumpen vorgestellt. Den Schwerpunkt bildet aufgrund der Markt-durchdringung und Anwendungsbreite die turbomolekulare Bauart. Einer Darstellung der physikalischen Grundlagen folgt die Beschreibung des technischen Aufbaues. Hinweise zu Kenngrößen, Betrieb und Anwendungen der Pumpen schließen das Kapitel ab.

1 Einleitung

Molekular- und Turbomolekularpumpe sind über das zu Grunde liegende physikalische Arbeitsprinzip miteinander verbunden [1]. In beiden Pumpenarten wird Gas gefördert, indem Impuls auf Gasmoleküle übertragen und hierdurch eine gerichtete Bewegung erreicht wird.

Die Impulsübertragung findet durch eine sich schnell bewegende Wand oder durch Schaufeln eines sich schnell drehenden Rotors statt. Allerdings lässt sich dieses Prinzip nur im molekularen Strömungsbereich nutzen, da in diesem die freie Weglänge der zu pumpenden Gasmoleküle größer als die Abmessungen innerhalb der Pumpe ist. Verkleinert man die Abmessungen entsprechend, können Bereiche erschlossen werden, die normalerweise dem Übergangsbereich zwischen molekularer und viskoser Strömung zuzuordnen sind (einige hPa).

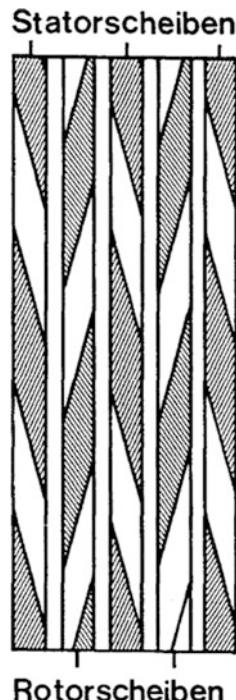
Aufgrund dieser Tatsache kann eine Molekularpumpe in der Regel nicht auf Atmosphärendruck verdichten und ausstoßen, sondern benötigt eine Vorpumpe,

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

Abb. 1 Aufsicht auf die Peripherie des Rotor-Stator-Paketes der Becker'schen Turbomolekularpumpe. Die Statorscheibe am Eintritt der Pumpe erhöht das Kompressionsverhältnis, reduziert aber das Saugvermögen



die vom Auslassdruck der (Turbo-) Molekularpumpe auf den Umgebungsdruck verdichtet.

Turbomolekularpumpen bestehen aus schnell drehenden Rotorscheiben mit Schaufeln und dazwischen liegenden spiegelsymmetrischen Statorscheiben [2] (Abb. 1). Die Gasteilchen werden durch zusätzliche Impulse, die sie von den Rotor-schaufeln erhalten, durch die Kanäle zwischen den Schaufeln gefördert.

Heute werden Turbomolekularpumpen oft mit Molekularpumpstufen, die für Gasförderung bei höheren Drücken ausgelegt sind, kombiniert. Dadurch ist der Einsatz preisgünstiger, trockener Verdrängerpumpen als Vorpumpen möglich.

Im Unterschied zu Sorptionspumpen (► Kap. 11, „Sorption und Diffusion“), die in ihrer Gasaufnahme beschränkt sind und Regenerationsphasen benötigen, sind Turbomolekularpumpen schnell betriebsbereit und transportieren Gasströme kontinuierlich durch die Pumpe.

Bedingt durch das mehrstufige axiale Förderprinzip der Turbomolekularpumpe, können im Bereich des Saugflansches niedrige Drücke erreicht werden. Desorption von Gasen, die den Enddruck begrenzt, kann durch Ausheizen reduziert werden. Wegen der hohen Kompressionsverhältnisse für schwere Gase sind Enddrücke im Bereich von 10^{-9} Pa möglich. Mit den gleichen Pumpen können aber auch hohe Gasdurchsätze im Ansaugdruckbereich von 10^{-1} bis 1 Pa abgepumpt werden.

Die Anwendung der Turbomolekularpumpe in der Vakuumprozesstechnik mit hohen Gaslasten (Beschichtung, Halbleiterherstellung) hat heute eine wirtschaftlich



VAKUUMLÖSUNGEN AUS EINER HAND

Pfeiffer Vacuum steht weltweit für innovative und individuelle Vakuumlösungen, für technologische Perfektion, kompetente Beratung und zuverlässigen Service. Wir verfügen als einziger Anbieter von Vakuumtechnik über ein komplettes Produktsortiment:

- Pumpen zur Vakumerzeugung, von Grobvakuum bis UHV
- Vakuummess- und Analysegeräte
- Lecksucher und Dichtheitsprüfgeräte
- Systemtechnik und Kontaminationsmanagement
- Kammern und Komponenten

Sie suchen eine perfekte Vakuumlösung? Sprechen Sie uns an:

Pfeiffer Vacuum GmbH · Headquarters/Germany · T +49 6441 802-0

www.pfeiffer-vacuum.com

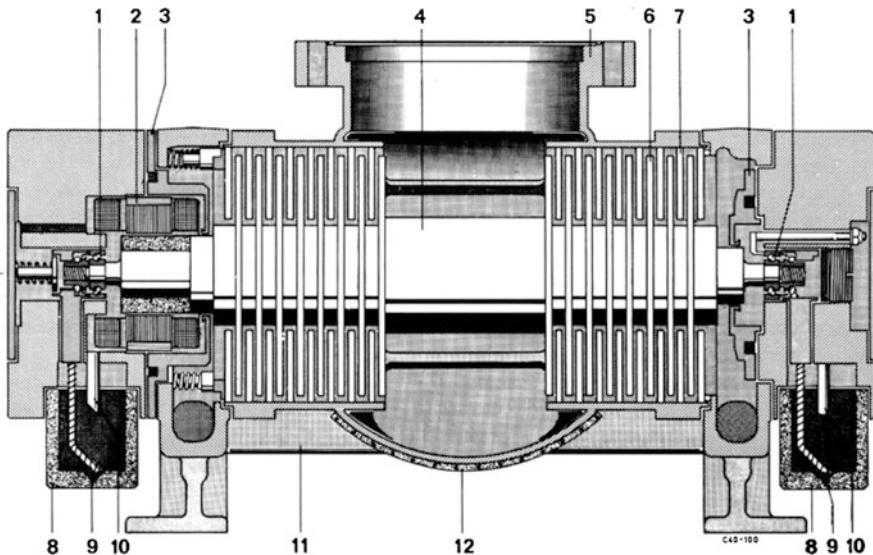


Abb. 2 Schnittdarstellung der zweiflutigen Turbomolekularpumpe TPU 200 nach Becker. 1 Lager, 2 Motor, 3 Labyrinthkammern, 4 Rotor, 5 Hochvakuumanschluss, 6 Rotorschibe, 7 Statorschibe, 8 Ölbehälter, 9 Ölzufuhr zum Lager, 10 Ölrücklauf, 11 Vorrakuumkanal, 12 Heizung

weit höhere Bedeutung als die der reinen Vakumerzeugung, die am Anfang ihrer Verbreitung das Hauptanwendungsgebiet war.

Die Turbomolekularpumpe wurde 1956 von *W. Becker* [2] als eine „Neue Molekularpumpe“ erfunden (Abb. 2), deren Funktionsprinzip er mit Hilfe der Theorie der Gaede’schen Molekularpumpe erklärte. Die Becker’sche Turbomolekularpumpe (Abb. 2) war zweiflutig aufgebaut: vom Ansaugflansch in der Mitte pumpten zwei mehrstufigen Rotor-Stator-Anordnungen mit Turbinenschaufeln (Abb. 1) das Gas zu den Vorrakuumräumen, von denen einer den Antrieb beherbergte. Eine gemeinsame Vorrakuumleitung stellte die Verbindung zur Vorrakumpumpe her. Auf diese Weise konnte die Welle an ihren Enden und im Vorrakuum gelagert werden. Die Vorteile gegenüber der früher entwickelten Gaede-Pumpe [3] sind: Hohes Saugvermögen, große Abstände zwischen Rotor und Stator (≈ 1 mm) und sehr hohes Kompressionsverhältnis durch mehrstufige Bauweise.

Die weiteren Entwicklungen führten zu einflutigen Pumpen, die kleiner, leichter und kostengünstiger herzustellen sind (Abb. 3). Durch direktes Anflanschen an den Rezipienten werden Leitwertverluste vermieden.

2 Molekularpumpen

Molekularpumpen als Einzelpumpen finden sich auch heute in den Produktpportfolios der großen Hersteller, werden aber vorwiegend in Nischenanwendungen eingesetzt [4–6]. Hauptsächlich werden die Bauweisen nach Gaede, Siegbahn und Holweck

Überwacht Ihr Vakuum zu jeder Zeit



Der neue TURBO.CONTROL i überwacht und steuert alle TURBOVAC i(X) Turbo-Molekularpumpen vor Ort über Fronttasten oder Online mit jedem üblichen Webbrowser.

Über die integrierte Webserver Software können mit einem PC oder mobilen Endgerät alle Pumpparameter angezeigt und eingestellt werden. Der TURBO.CONTROL i analysiert die Protokolldateien und zeigt den Zustand und wesentliche Parameter an.

TURBO.CONTROL i erlaubt den Anschluss von bis zu zwei Vakuumsensoren und umfasst alle wesentlichen Funktionen für Turbo-Molekularsysteme. Dieser neue Controller ist als Einbauversion oder Tischgerät erhältlich. Turbo-Molekularpumpen der TURBOVAC i(X) Reihe zeichnen sich durch ihre hervorragende Vakuumleistung bezüglich Auspumpzeiten und bislang unerreichtes Saugvermögen, speziell für leichte Gase, aus.

TURBO.CONTROL i - Überwachung und Steuerung von TURBOVAC i(X) Pumpen

 **Leybold**

Leybold GmbH
Bonner Str. 498 · D-50968 Köln
T +49 (0) 221-347-0
F +49 (0) 221-347-1250
info@leybold.com

www.leybold.com

Abb. 3 Einflutige Turbomolekularpumpe HiPace 700 mit angebauter Antriebselektronik für 48 V Gleichspannung:
 1 Saugflansch;
 2 Vorvakuumflansch;
 3 Belüftungsventil;
 4 Sperrgasanschluss;
 5 Antriebselektronik mit Steckern für Zubehör und Fernbedienung



in vorvakuumseitigen Pumpstufen innerhalb von Turbomolekularpumpen benutzt, um höhere Ausstoßdrücke zu erreichen. Auf solche Art modifizierte Turbomolekularpumpen werden oft als Compoundpumpen bezeichnet. Da Turbomolekularpumpen auf den historisch älteren Molekularpumpen beruhen und sich das Funktionsprinzip der Turbomolekularpumpen gut an Hand dieser Pumpen erklären lässt, werden zunächst diese Molekularpumpen behandelt.

Die Art der Gasführung ist der Kernunterschied der molekularen Pumpstufenbauweisen: In Gaedestufen wird in Umfangsrichtung gepumpt, nach Siegbahn radial entlang einer Scheibenoberfläche und nach Holweck in einer Schraubenlinie an der Oberfläche eines Zylinders.

Neben diesen Pumpprinzipien wurden auch Seitenkanalpumpstufen in Turbomolekularpumpen zur Serienreife gebracht [7].

2.1 Gaedepumpstufe

Die Idee der Molekular(vakuum)pumpe stammt von *Gaede* [3]. Er ging von der Überlegung aus, dass Moleküle, die auf eine Wand treffen, dort nicht direkt reflektiert, sondern eine „Verweilzeit“ lang adsorbiert werden, ehe sie wieder desorbieren (vgl. ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“). Bei der Desorption haben sie eine der Wandtemperatur entsprechende isotrope Geschwindigkeitsverteilung und die mittlere Geschwindigkeit \bar{c} nach Gl. 43 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“. Bewegt sich die Wand mit der Geschwindigkeit u , so wird der

Abb. 4 Prinzip der Gaede'schen Molekularpumpe. Der Rotor überträgt bei Berührung mit den Gasmolekülen einen tangentialen Impuls auf diese, wodurch die Pumpwirkung entsteht. A Ansaugstutzen; V Vorvakuumanschluss; R Rotor; S Stator; Sp Pumpkanal; Sp' Sperrspalt

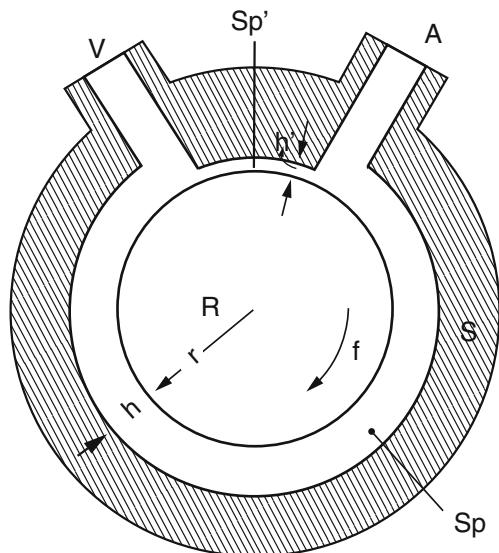
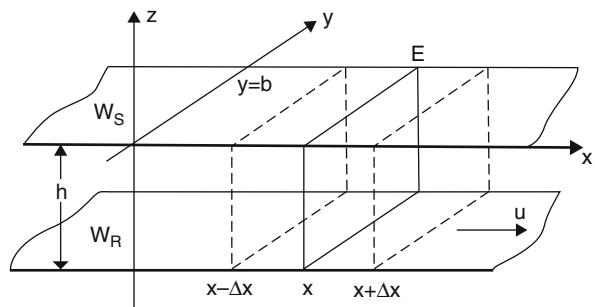


Abb. 5 Zur Wirkungsweise der Gaede'schen Molekularpumpe: W_S Statorwand, W_R mit der Geschwindigkeit u bewegte Rotorwand; h Kanalhöhe; b Kanalbreite; E Schnittebene



Geschwindigkeitsverteilung diese „Driftgeschwindigkeit“ überlagert. Eine bewegte Wand muss daher eine Strömung erzeugen und dem gemäß eine Pumpwirkung besitzen.

Abb. 4 zeigt das Prinzip der Gaede'schen Molekularpumpe. Auf den mit der Drehfrequenz f umlaufenden Rotor R vom Radius r treffen die Moleküle aus dem Ansaugstutzen A, erhalten eine Vorzugsgeschwindigkeit $u=2 \pi r f$ und werden mit dieser Geschwindigkeit durch den Spalt Sp der Höhe h und der Breite b zum Vorvakuumstutzen V befördert. Zur Vermeidung starker Rückströmung muss V von A durch einen Sperrspalt Sp' von einigen Hunderstel Millimetern getrennt werden. Dies gilt auch für die Spalte zwischen den stirnseitigen Deckeln und dem Rotor.

Wirkungsweise und Kenndaten der Pumpe lassen sich mit einem einfachen Modell beschreiben, bei dem alle physikalisch wichtigen Merkmale der Molekular- und Turbomolekularpumpen sichtbar werden. In Abb. 5 ist je ein Teilstück der Rotorwand W_R , die sich mit der Geschwindigkeit u bewegt, und der ruhenden Statorwand W_S , der Einfachheit halber als Ebene, herausgezeichnet. Der Abstand

h soll klein gegen die freie Weglänge l des zwischen W_R und W_S befindlichen Gases der Teilchenanzahldichte n sein. Daher stoßen die Teilchen nur auf die Wände, nicht unter sich; in jedem Augenblick hat daher die Hälfte der Teilchen in x -Richtung die Driftgeschwindigkeit u , die andere Hälfte die Driftgeschwindigkeit Null. Im Kanal (Spalt) Sp (Abb. 4) fließt daher ein Teilchenstrom

$$\dot{N}_N = \frac{dN}{dt} = \frac{1}{2} \cdot n \cdot u \cdot b \cdot h \quad (1)$$

Aus dieser Teilchenstromstärke ergibt sich die Volumenstromstärke q_V , die gleich dem Saugvermögen S ist (vgl. ► Abschn. 1.1 in Kap. 6, „Strömung von Gasen“):

$$S_0 = q_V = \frac{\dot{N}_N}{n} = \frac{1}{2} u \cdot b \cdot h \quad (2)$$

Diese Saugvermögensformel gilt für die Förderung ohne Differenzdruck zwischen V und A. Dabei sind allerdings die Einflüsse der vorderen und hinteren Begrenzungswand des Kanals unberücksichtigt geblieben; sie dürfen – jedenfalls für die prinzipielle Betrachtung – vernachlässigt werden, wenn $b \gg h$ ist. Das Saugvermögen einer Anordnung nach Abb. 4 ist also proportional der Umfangsgeschwindigkeit u des Rotors und dem Querschnitt bh des Spalts Sp. Die nach Gl. 1 ebenfalls zu beschreibende Rückströmung durch Sp' vernachlässigen wir für die Betrachtung des Prinzips ebenfalls.

Durch den Gasstrom (Gastransport) von A nach V in Abb. 4 nach Gl. 1 entsteht ein Druckgefälle dp/dx (Abb. 5) bzw. ein Dichtegefälle dn/dx , das zu einer Gegenströmung führt. Durch die y - z -Ebene E an der Stelle x , an der die Teilchenanzahldichte $n(x)$ herrschen soll, fließt nach rechts infolge der Driftgeschwindigkeit u der Teilchenstrom \dot{q}_N nach Gl. 1. Rechts von x an der Stelle $x+\Delta x$ ist daher die Teilchenanzahldichte $n(x+\Delta x) > n(x)$, analog ist $n(x-\Delta x) < n(x)$. Von rechts nach links fließt also durch E nach Gl. 49 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ der thermisch ungerichtete Teilchenstrom

$$\overleftarrow{q}_{N,th} = b \cdot h \cdot \frac{\bar{c}}{4} \cdot n(x + \Delta x)$$

und von links nach rechts entsprechend

$$\overrightarrow{q}_{N,th} = b \cdot h \cdot \frac{\bar{c}}{4} \cdot n(x - \Delta x)$$

also bleibt ein überschüssiger „Gegen“-Strom

$$\overleftarrow{q}_{N,th} = b \cdot h \cdot \frac{\bar{c}}{4} [n(x + \Delta x) - n(x - \Delta x)] = b \cdot h \cdot \frac{\bar{c}}{4} \cdot \frac{dn}{dx} \cdot 2 \cdot \Delta x \quad (3)$$

Die Größe Δx wählen wir auf Grund der gleichen Überlegungen wie in ► Abschn. 2 in Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“: $n(x-\Delta x)$ bzw. $n(x+\Delta x)$ haben wir an der Stelle zu wählen, wo die Teilchen ihren letzten Stoß gemacht haben, weil sie dort im Mittel wieder ihre isotrope Verteilung erhalten haben, so dass Gl. 46 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ gilt. In ► Abschn. 2 in Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ war dies im Abstand \bar{l} der mittleren freien Weglänge im Gas, vor der in Frage stehenden Ebene. Hier ist aber $\bar{l} \gg h$; der mittlere Stoßweg ist daher etwas größer als h . Wir müssen also hier $\Delta x = gh$ mit $g > 1$ setzen und erhalten

$$\overleftarrow{q}_{N,\text{th}} = g \cdot b \cdot h^2 \cdot \frac{\bar{c}}{4} \cdot \frac{dn}{dx} \quad (4)$$

und damit den „Förderstrom“

$$q_N = \frac{1}{2} \cdot n \cdot u \cdot b \cdot h - g \cdot \frac{\bar{c}}{2} \cdot b \cdot h^2 \cdot \frac{dn}{dx} \quad (5)$$

Setzen wir den Förderstrom gleich 0, also den Driftstrom gleich der Rückströmung, so erhalten wir:

$$\frac{dn}{n} = \frac{dp}{p} = \frac{u \cdot dx}{\bar{c} \cdot g \cdot h} \quad (6)$$

In diesem Fall fördert die Pumpe netto kein Gas, erzeugt jedoch maximale Kompression zwischen Ansaugdruck p_A und Ausstoßdruck p_V . Integration dieser Gleichung über die Kanallänge L liefert das maximale Kompressionsverhältnis.

$$K_0 = \frac{p_V}{p_A} = \exp\left(\frac{u \cdot L}{\bar{c} \cdot g \cdot h}\right) \quad (7)$$

Das (Leerlauf-)Kompressionsverhältnis K_0 wächst also exponentiell mit dem Geschwindigkeitsverhältnis u/\bar{c} und dem Verhältnis von Kanallänge zu Kanalhöhe L/h . Für den Faktor g , der die freie Weglänge bis zum nächsten Wandstoß angibt, wird etwa gelten: $3 > g > 1$, weil die meisten Moleküle schräg durch den Spalt fliegen. Da die Rückströmung durch den engen Spalt Sp' und ebenso die Rückströmung an den stirnseitigen Deckeln vernachlässigt wird, liefert die Gl. 7 immer zu große Werte. Der Exponent in Gl. 7 kann in der Form $\text{const} \cdot S/C$ geschrieben werden. Dabei bedeuten $S=u \cdot b \cdot h/2$ das Saugvermögen nach Gl. 2 und

$$C = \frac{4 \cdot \bar{c} (b \cdot h)^2}{3 \cdot 2 \cdot L (b + h)}$$

den Leitwert des Pumpspalts (spaltförmigen Rohres). Genauer ist C durch Gl. 7 in ► Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“ mit P aus Abb. 8 ebenfalls in ► Kap. 8,

„Molekulare Strömung von Gasen“ gegeben. Die wichtigste Erkenntnis aus Gl. 7 ist, dass für großes K_0 das Verhältnis u/\bar{c} möglichst groß sein muss; Molekularpumpen – gleich welcher Art – erfordern also hohe Drehzahlen.

Beispiel 1

Für $r = 0,05$ m, $f = 1000$ Hz folgt $u = 314$ m/s. Für Stickstoff bei 300 K ist $\bar{c} = 475$ m/s und die Kanalabmessungen $L = 0,9 \cdot 2 \pi r = 0,28$ m, $h = 0,003$ m, $b = 0,008$ m, $g = 2$ folgt $K_0 = 2,49 \cdot 10^{13}$ und $S_0 = 3,76$ L/s.

Eine von Gaede vorgeschlagene und 1913 von E. Leybolds Nachf. gebaute Molekularpumpe erreichte bei 8200 U/min ein Saugvermögen von 1,5 L/s und ein Kompressionsverhältnis $K_0 = p_V/p_A = 10^5$.

Weiter zeigt Gl. 7, dass wegen $\bar{c} \sim M_r^{1/2}$ für schwere Gase sehr hohe Kompressionsverhältnisse entstehen. Für fluorierte Pumpenöle mit mittleren Molekulargewichten von 2100 und einem Dampfdruck von 10 Pa bei 200 °C werden extrem hohe Kompressionsverhältnisse erreicht. Im Vergleich zu Wasserstoff erhält man bei perfluorierten Polyether-(PFPE)-Ölen

$$\frac{(K_0)_{\text{PFPE}}}{(K_0)_{\text{H}_2}} \propto \exp\left(\sqrt{2100} - \sqrt{2}\right) \approx 2 \cdot 10^{19}$$

Bei normalem Betrieb wird also die Molekularpumpe schwere Gase und Dämpfe, wie sie von Schmierölen ausgehen, vom Hochvakuum fernhalten.

Für den laminaren Strömungsbereich gelten die gleichen Formeln für Drift- und Rückstrom. Da aber bei höheren Drücken die mittlere freie Weglänge $\bar{l} \ll h$ wird, ist die Annahme $\Delta x = gh$ mit $g > 1$ in Gl. 3 falsch. Durch die Abnahme der freien Weglänge wird die Rückströmung sowohl im Pumpkanal als auch im Sperrspalt und an den seitlichen Deckeln stark vergrößert, was zu einer drastischen Abnahme der Kompression führt und somit die hohe Leistungsfähigkeit der Gaedestufen auf den molekularen Strömungsbereich beschränkt.

Gaedepumpstufen werden heute von einigen Herstellern in Turbomolekularpumpen verwendet, jedoch stellen der Bereich des Gasabstreifers mit engem Sperrspalt Sp' und der unsymmetrische Gasfluss Hürden dar.

2.2 Holweckstufe

Im Jahr 1923 entwickelte Holweck [8] eine Molekularpumpe, deren Arbeitsweise der von Gaede vorgeschlagenen Gewindepumpe entspricht (Abb. 6). Bei der Holweckpumpe besteht der Rotor R aus einer zylindrischen Trommel mit glatter Oberfläche, der koaxiale zylindrische Stator S ist auf der Innenseite mit einer schraubenförmigen Nut versehen. Mit dieser Anordnung umging Holweck das Problem des Gasabstreifers, er selbst sprach jedoch von einer Gaedepumpe. Diese Pumpe hatte den

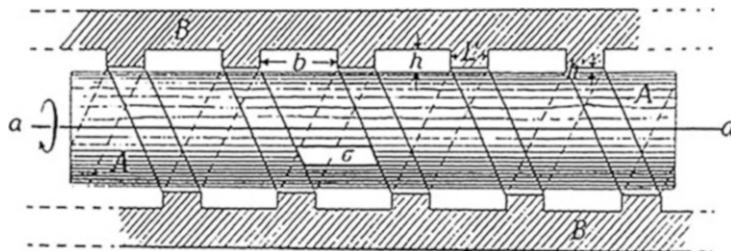


Abb. 6 Gaede'sche Gewindepumpe oder Holweckpumpe. Rotor: *A*. Durch gewindeförmige Ausprägung des Förderkanals im Stator (*B*) wird die Länge des Pumpkanals und damit das Kompressionsverhältnis vergrößert. Verluste treten durch Rückströmung unter den Stegen auf

Ansaugstutzen in der Mitte und der Rotor förderte durch zwei gegenläufige Nuten das Gas zu den Vorvakuumräumen, in denen auch die Lager untergebracht waren. Das Saugvermögen dieser Pumpe lag bei 6 L/s und das Kompressionsverhältnis für Luft bei $2 \cdot 10^7$.

Für Holweckstufen gelten die Gaede'schen Formeln für Saugvermögen Gl. 2 und Kompressionsverhältnis Gl. 7. An Stelle der Verluste durch Rückströmung über Sperrspalt und seitliche Deckel treten hier die Verluste durch Rückströmung durch den Spalt zwischen Rotor und Steg von benachbarten Pumpkanälen im Stator. Die Spaltweiten über dem Steg müssen klein gegen die freie Weglänge im angestrebten Druckbereich sein, ebenso die Kanalhöhe *h*. Es ist sinnvoll, die Kanalhöhe und die Spaltweiten zum Bereich höherer Drücke hin zu vermindern. Die minimalen Spaltweiten in realen Holweckpumpen sind bedingt durch Rotordehnung, verursacht durch Fliehkraft und Temperaturänderung. Radiale Rotorbewegungen, die möglich sind durch weiche Lagerung und Spalte in den Fanglagern von magnetgelagerten Pumpen, erfordern ebenfalls gewisse Spaltweiten. Durch die Verwendung von Kohlefaserhülsen als Holweckrotoren mit sehr geringen Temperaturausdehnungskoeffizienten und geringer Dehnung durch Fliehkraft lassen sich Spaltweiten von 0,3 mm bis 0,5 mm realisieren. Die zugehörigen Kanalhöhen sollten etwa 5-mal so groß sein. Nimmt man für solche Abmessungen eine mittlere freie Weglänge von $\bar{l} = 0,25$ mm an (Knudsenzahl = 0,5 für den Spalt), so erhält man nach Gl. 53 bzw. 54 im ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ als Grenzdruck p_g für Stickstoff mit $\bar{l} \cdot p = 5,9 \cdot 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{m}$ den Wert $p_g = 23,6$ Pa. Steigt der Druck in der Holweckstufe weiter an, so verstärken sich die Spaltströmung und die Rückströmung im Pumpkanal, so dass bei Zunahme des Druckes um etwa einen Faktor 100 die komplette Pumpwirkung der Holweckstufe zusammenbricht. Die Berechnung von Holweckstufen ist Gegenstand der Forschung. In einer Arbeit werden mit moderatem Rechenaufwand und in guter Übereinstimmung mit Messwerten Saugvermögen und Kompressionsverhältnis modelliert, vgl. ► Abschn. 1.2 in Kap. 6, „Strömung von Gasen“ durch Rohre und Blenden und [9]. Mit Computational Fluid Dynamic-Methoden (CFD) konnten gute Ergebnisse für den viskosen Druckbereich erzielt werden [10].

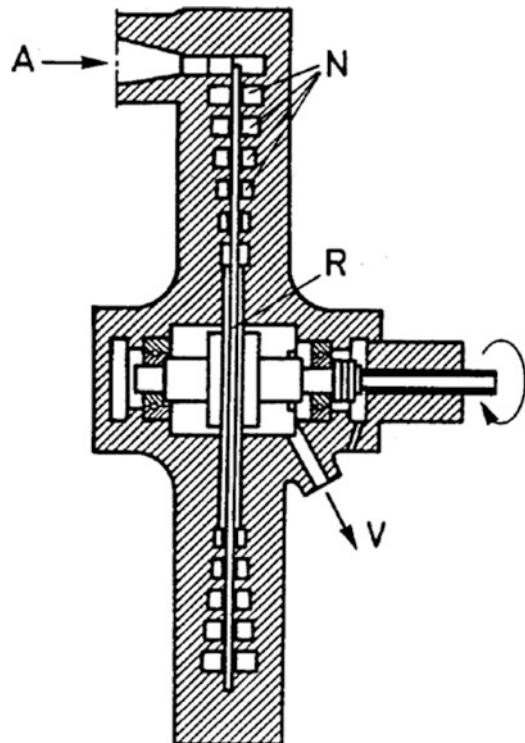
2.3 Siegbahnstufe

Als weitere Variante entwickelte Siegbahn [11] 1943 eine Molekularpumpe (Abb. 7), bei der ebene Rotorscheiben mit axial eingravierten ring- oder spiralförmigen Statorkanälen das Pumpensystem bilden. Gegenüber der Bauweise nach Gaede sind Siegbahnstufen symmetrischer aufgebaut. Nachteile dieses Systems sind: kleine Umfangsgeschwindigkeit in der Nähe der Welle, Pumpen gegen die Fliehkraft bei mehrstufigen Systemen, die Verwendung diametral geteilter Statorscheiben, die aufwändig herzustellen sind, sowie relativ enge Spalte zwischen axial benachbarten Rotor- und Statorbauteilen, was bei thermischer Ausdehnung des Rotors zum Problem werden kann. Siegbahnstufen wurden in den letzten Jahren mit dem Ziel weiterentwickelt, sich der Leistungsfähigkeit von Holweckstufen anzunähern und bestenfalls zu erreichen [12].

3 Kombination von Molekular- und Seitenkanalpumpstufen

In den 1990er-Jahren wurde erstmals der Mechanismus einer Molekularpumpe mit der einer Seitenkanalpumpe (regenerativen Pumpe) in einer einwelligen Pumpe kombiniert, die dadurch direkt vom Hochvakuum auf den Atmosphärendruck komprimieren konnte [13].

Abb. 7 Molekularpumpe nach Siegbahn. Die abnehmende Geschwindigkeit zur Welle hin, das Pumpen gegen die Fliehkraft und Schwierigkeiten bei der Kombination mit Turbomolekularpumpstufen haben ihre Verbreitung verhindert. A Ansaugstutzen; V Vorvakuumstutzen, N Spiralförmige Fördernut im Stator; R Scheibenförmiger Rotor



3.1 Der regenerative oder Seitenkanal- Pumpmechanismus

Der regenerative Pumpmechanismus beruht auf dem Übertrag kinetischer Energie auf die Gasteilchen durch sich schnell bewegende Blätter. Dieser Energieübertrag führt zu einem Druckanstieg und dem Pumpmechanismus. Das Adjektiv „regenerativ“ hat seinen Ursprung in der Gasbewegung. Das Gas bewegt sich in einer Kreisbewegung durch die Rotorblätter und regeneriert dabei jedes Mal seine kinetische Energie durch den Übertrag. Andere übliche Namen sind Seitenkanal-, Vortex- oder Peripherialflusspumpe.

Eine Einzelstufe einer regenerativen Pumpe besteht aus einer durchgehenden Reihe von Ruderblättern, die hängend in axialer Richtung an einem Rotor montiert sind (Abb. 8). Die Blätter ragen in einen Kanal, der wesentlich größer als die Blätter ist [14]. Wenn sich nun die Blätter durch das Gas bewegen, entsteht aus dem Zusammenspiel von Impulsübertrag und Zentrifugalkräften ein schraubenförmiger Gasfluss (Vortexfluss) in dem Kanal. Immer wenn sich das Gas wieder zwischen den Blättern befindet, wird es erneut in Richtung der Rotation beschleunigt und es entsteht ein zunehmender Druckanstieg in der Laufrichtung. Die Geschwindigkeit der Blätter beträgt zwischen 100 m/s und 250 m/s. Innerhalb einer Stufe beträgt das Kompressionsverhältnis typischerweise 4 : 1.

Am Ende eines Kanalumlaufs befindet sich ein Abstreifer (engl. „Stripper“), siehe Abb. 9. Dieser leitet das Gas aus dem Kanal, entweder in die nächste Stufe oder in den Auslass der Pumpe. Beim Abstreifer verengt sich der Kanal so, dass ihn die Rotorblätter gerade noch passieren können. Das noch zwischen den Blättern befindliche Gas wird durch den Abstreifer zum Gaseinlass der Pumpstufe transportiert und vermindert so die Kompression und Effizienz der Pumpstufe.

Durch die Theorie von Sixsmith [15] wurde der Pumpmechanismus im Detail verstanden und die Konstruktion der Maschine konnte so verbessert werden, dass Kompressoren und Vakuumpumpen gebaut werden konnten. Er entwickelte einige der oben beschriebenen Merkmale, auch die Form der Blätter, und baute einen Prototyp mit einem Kompressionsverhältnis von 10 und einem Saugvermögen von 250 m³/h.

Abb. 8 Zwei Stufen einer regenerativen Pumpe. Die Pfeile markieren den schraubenförmigen Fluß des Gases

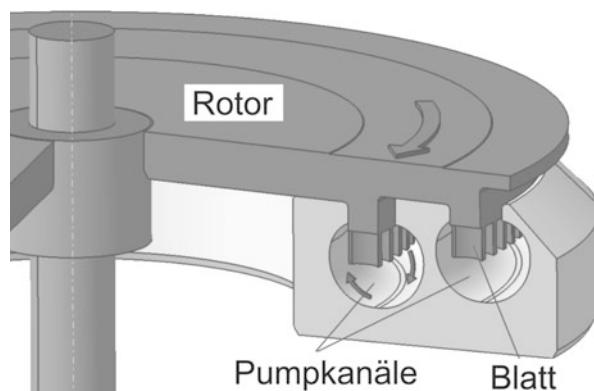
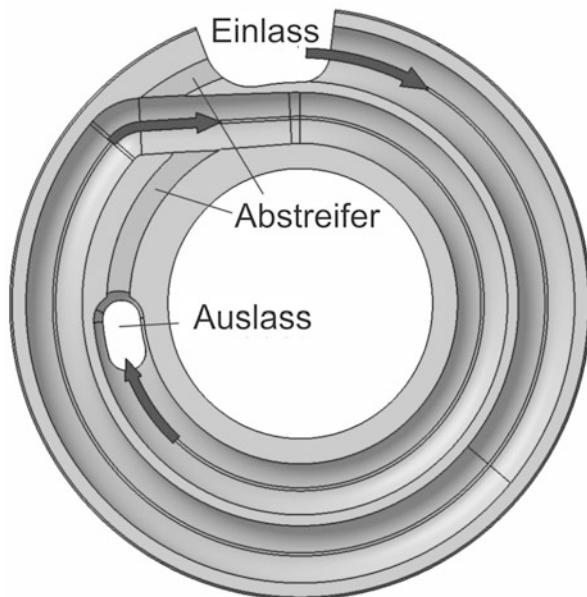


Abb. 9 Aufsicht auf zwei Stufen einer regenerativen Pumpe. Der Abstreifer lenkt das Gas in die nächste Stufe oder den Auslass



3.2 Pumpkonstruktion und Anwendungen

Eine regenerative Vakuumpumpe nutzt eine Kombination von Molekular- und regenerativen Pumpstufen, um das Leistungsvermögen über einen größeren Druckbereich auszuweiten. Die regenerativen Pumpstufen funktionieren nicht im molekularen Druckbereich und benötigen daher zusätzliche Molekularstufen, um Drücke unter etwa 100 Pa erreichen zu können.

Solche Pumpen werden mittlerweile von mehreren Herstellern angeboten. Das in Abb. 10 gezeigte Beispiel zeigt eine Pumpe mit 6 konzentrischen regenerativen Pumpstufen, die von 100 Pa gegen Atmosphärendruck verdichten. Sie werden mit 5 Holleckstufen kombiniert, die einen Ansaugdruck von 10^{-4} Pa ermöglichen. Solch eine Pumpe ist sehr kompakt, benötigt kein Fett oder Öl im evakuierten Raum und erzeugt ein ein sehr reines, partikelfreies Vakuum (ultra-clean vacuum, UCV).

In Abb. 11 sind zwei Saugvermögenskurven für zwei Typen von regenerativen Pumpen gezeigt.

Diese Pumpenart hat breite Anwendung für Schleusenkammern in der Halbleiterindustrie gefunden, aber auch für physikalische Experimentierkammern wie in Beschleunigern und angeschlossenen Strahlrohren. Regenerative Pumpstufen werden auch an das Auslassende von Turbomolekularpumpen gesetzt. Ein oder zwei Pumpstufen erhöhen den kritischen Vordruck und den Durchsatz der Turbomolekularpumpe.

Abb. 10 Schnitt durch eine typische regenerative Pumpe mit Holweckstufen (EPX 500 der Firma Edwards). Mit freundlicher Genehmigung

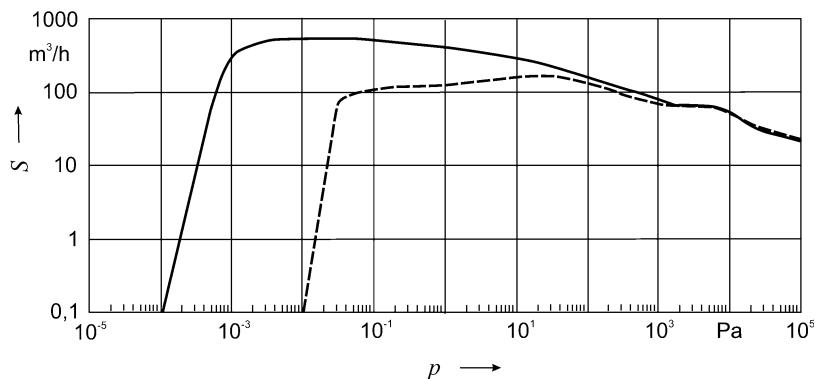


Abb. 11 Saugvermögen S zweier Typen von regenerativen Pumpen der Firma Edwards in Abhängigkeit vom Druck p am Ansaugflansch: EPX500 (durchgezogene Kurve) und EPX 180 (gestrichelt)

4 Physikalische Grundlagen der Turbomolekularpumpstufen

Im Folgenden wird der Pumpmechanismus von Turbomolekularpumpen genauer betrachtet und die wichtigen Kenngrößen wie Saugvermögen und Kompressionsverhältnis hergeleitet. Hierbei werden Modelle nach Becker und nach Kruger und Shapiro angewendet. Der Wärmehaushalt von Turbomolekularpumpen ist bei ihrer Anwendung zu berücksichtigen und wird daher anhand der auftretenden Effekte veranschaulicht.

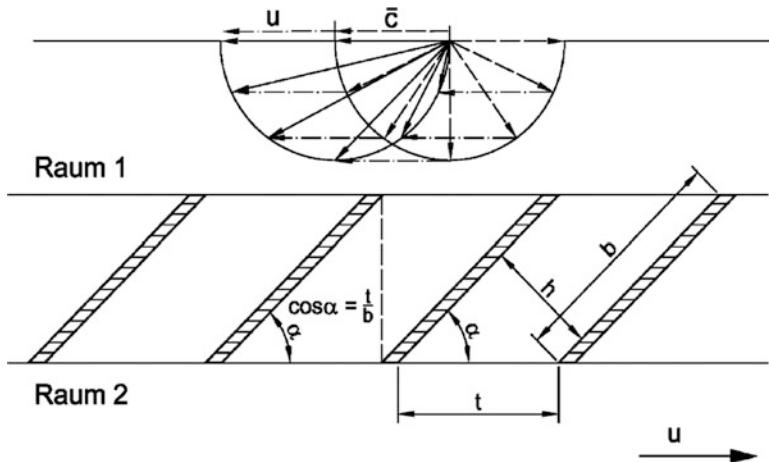


Abb. 12 Zur Funktion der Turbomolekularpumpe. Eine Schaufelreihe mit dem Abstand t , dem Schaufelwinkel α , der Schaufelbreite b und der Kanalhöhe h bewegt sich mit der Geschwindigkeit u nach rechts. Für den mitbewegten Beobachter addiert sich die Schaufelgeschwindigkeit u zu den thermischen Geschwindigkeiten \bar{c} . Für $u \approx \bar{c}$ bewegen sich nahezu alle Moleküle in Kanalrichtung oder auf die Unterseite einer Schaufel, von wo eine Rückströmung in den Raum 1 unwahrscheinlich ist. Bei optisch dichter Schaufelkonstruktion gilt: $\cos \alpha = t/b$

4.1 Pumpmechanismus

Betrachten wir zunächst den Pumpmechanismus einer Turbomolekularpumpstufe mit Hilfe von Abb. 12.

Eine Schaufelreihe, die sich mit der Geschwindigkeit u von links nach rechts bewegt, trennt die Räume 1 und 2 von einander. Betrachtet man die ankommenden Gasteilchen als mitbewegter Beobachter, so addiert sich die Schaufelgeschwindigkeit u vektoriell zu den Teilchengeschwindigkeiten \bar{c} . Sind u und \bar{c} etwa gleich groß, so passieren viele Teilchen aus dem Raum 1 den Schaufelkanal, ohne die Schaufeln zu berühren. Teilchen, die die Schaufeln berühren, verweilen dort eine Zeit und desorbieren dann wieder nach dem Cosinusgesetz [16]. Für hohe Geschwindigkeiten u werden viele Teilchen die Schaufelunterseite berühren und von dort überwiegend in den Raum 2 desorbieren. Stellt man die gleiche Überlegung für den Raum 2 an, so sieht man, dass nur wenige Teilchen in Kanalrichtung fliegen und deshalb nur ein geringer Teil davon in den Raum 1 gelangt. Aus diesen Überlegungen folgt, dass die Durchgangswahrscheinlichkeit P_{12} für das Passieren von Teilchen von 1 nach 2 größer sein muss als P_{21} in umgekehrter Richtung und dadurch ein Pumpeffekt erzielt wird.

4.2 Saugvermögen und Kompressionsverhältnis

P_{12} und P_{21} hängen im molekularen Strömungsbereich vom Schaufelwinkel α , dem Verhältnis Schaufelbreite zu Schaufelabstand b/t und dem Geschwindigkeits-

verhältnis u/\bar{c} ab. Kennt man diese Werte, so kann man Saugvermögen S_0 und Kompressionsverhältnis K_0 von Turbomolekularpumpstufen ermitteln. Dies wird im Folgenden gezeigt.

Für die geförderte Teilchenzahl in den beiden Räumen gilt:

$$n_1 P = n_1 P_{12} - n_2 P_{21} \quad (8)$$

Betrachtet man den Fall $n_1 = n_2$, also gleicher Druck auf beiden Seiten der Schaufelreihe, erhält man die Pumpwahrscheinlichkeit ohne Druckdifferenz, auch H_o -Faktor genannt:

$$P_{H_o} = P_{12} - P_{21} \quad (9)$$

und es folgt mit Hilfe des Eintrittsleitwertes $C = A \cdot \bar{c}/4$ [17] das Saugvermögen für einen Schaufelkanal:

$$S_0 = C \cdot P_{H_o} = A \cdot \frac{\bar{c}}{4} (P_{12} - P_{21}) \quad (10)$$

Das maximale Kompressionsverhältnis K_0 erhält man wieder wie bei Gl. 7 für den Fall, dass die Zahlen der geförderten und zurückströmenden Moleküle gleich sind. Also gilt:

$$n_1 P_{12} = n_2 P_{21} \quad (11)$$

und wegen $p = n \cdot k \cdot T$

$$K_0 = \frac{p_2}{p_1} = \frac{P_{12}}{P_{21}} \quad (12)$$

Führt man in Gl. 8 den Druck an Stelle von n ein und multipliziert mit dem Eintrittsleitwert C , so erhält man das Saugvermögen bei Förderung gegen eine Druckdifferenz:

$$S = C \cdot P = C \cdot P_{12} - \frac{p_2}{p_1} \cdot C \cdot P_{21} \quad (13)$$

Setzen wir $p_2/p_1 = K$, dem realen Druckverhältnis, so folgt mit Gl. 12:

$$S = C \cdot P_{12} \left(1 - \frac{K}{K_0} \right) \quad (14)$$

Für $K = 1$ wird $S = S_0$:

$$C \cdot P_{12} = \frac{S_0}{1 - \frac{1}{K_0}} \quad (15)$$

Durch Einsetzen von Gl. 15 in Gl. 14 erhält man:

$$S = \frac{S_0(K_0 - K)}{K_0 - 1} \quad (16)$$

Für hintereinander geschaltete Pumpstufen gilt für konstanten Gasdurchsatz: $q = p_1 \cdot S = p_2 \cdot S_V$ und damit $K = S/S_V$ und man erhält aus Gl. 16 das Saugvermögen einer Turbomolekularpumpstufe mit vorgeschaltetem Saugvermögen S_V :

$$S = \frac{S_0}{1 - \frac{1}{K_0} + \frac{S_0}{K_0 \cdot S_V}} \quad (17)$$

Diese Gleichung kann als Rekursionsformel für die Berechnung des Saugvermögens bei der Abstufung einer Turbomolekularpumpe benutzt werden. Ist das Saugvermögen der Vorpumpe bzw. das der davor liegenden Pumpstufe S_V sowie K_0 und S_0 der folgenden Turbomolekularpumpstufe bekannt, so kann man das Saugvermögen S jener Stufe berechnen.

4.3 Statistische und Gaedesche Betrachtung des Pumpeffekts

Gaedesche Betrachtung

Um das Saugvermögen aus den Geometriedaten der Pumpstufen (Schaufelwinkel α , Überdeckungsverhältnis t/b und Geschwindigkeitsverhältnis u/\vec{c}) zu berechnen, hat Becker die Gaede'sche Theorie auf das Saugvermögen der Turbomolekularpumpe angewandt. Eine genauere Darstellung findet man bei Bernhardt [18]. Betrachtet man eine Turbomolekularpumpenscheibe (Abb. 12) mit z Pumpkanälen, zwischen den Schaufeln mit dem Schaufelwinkel α und der Höhe h , die mit der Geschwindigkeit u rotiert, so gilt:

$$S_0 = \frac{1}{2} \cdot z \cdot u_K \cdot h \cdot l \cdot k_e \quad (18)$$

mit:

$$z = \text{Schaufelanzahl}$$

$$u_K = u \cos \alpha = \pi \cdot f(R_a + R_i) \cos \alpha = \text{Geschwindigkeit in Kanalrichtung}$$

$$h = t \cdot \sin \alpha = \frac{\pi}{R_i + R_a} (R_i + R_a) \sin \alpha = \text{Kanalhöhe}$$

$$l = R_a - R_i = \text{Schaufellänge}$$

Der Faktor 1/2 in Gl. 18 führt daher, dass nur die Hälfte der Gasmoleküle eine Geschwindigkeitskomponente in Richtung auf die Pumpe hat. $0 < k_e \leq 1$ ist ein Faktor, der das Verhältnis von gepumpten zu rückströmenden Teilchen angibt. Für

Schaufelwinkel zwischen 30° und 60° , Geschwindigkeitsverhältnisse $0,5 < u/\bar{c} \leq 1$ sowie etwa optisch dichter Schaufelkonstruktion ($b = tf \cos \alpha$) kann man mit guter Näherung $k_e = 1$ setzen. Mit diesen Annahmen folgt:

$$S_0 = \frac{\pi}{2} (R_a^2 - R_i^2) \pi \cdot f(R_a + R_i) \cos \alpha \cdot \sin \alpha \quad (19)$$

$$S_0 = \frac{1}{2} \cdot A \cdot u \cdot \sin \alpha \cdot \cos \alpha \quad (20)$$

mit A = beschaufelte Fläche

Berücksichtigt man noch den Leitwert $C = \bar{c}/4 \cdot A$ der beschaufelten Fläche, so erhält man das durch den Eintrittsleitwert reduzierte Saugvermögen S_R :

$$S_R = \frac{A \frac{\bar{c} u}{4 \bar{c}}}{\frac{u}{\bar{c}} + \frac{1}{2 \cdot k_e \cdot \sin \alpha \cdot \cos \alpha}} \quad (21)$$

Teilt man diesen Wert durch den Leitwert, so erhält man die Pumpwahrscheinlichkeit P_{Ho} , auch Ho -Faktor genannt.

$$P_{Ho} = \frac{\frac{u}{\bar{c}}}{\frac{u}{\bar{c}} + \frac{1}{2 \cdot k_e \cdot \sin \alpha \cdot \cos \alpha}} \quad (22)$$

Die Gaede'sche Formel (Gl. 7) bietet eine Möglichkeit zur Berechnung des Kompressionsverhältnisses K_0 . Wendet man diese auf den Schaufelkanal einer Turbomolekularpumpe an und ersetzt nach Abb. 12 u durch $u \cdot \cos \alpha$, L durch b und h durch $t \cdot \sin \alpha$, so erhält man:

$$K_0 = \exp\left(\frac{ub}{\bar{c}gt \tan \alpha}\right) \quad (23)$$

Schaufeln in modernen Turbomolekularpumpen sind mehr oder weniger „optisch dicht“ angeordnet, das bedeutet, dass die Schaufelkanäle der Bedingung $\cos \alpha = t/b$ (Abb. 12) genügen. Weitere Schaufelabstände führen zu abnehmenden Kompressionsverhältnissen. Überlappende Schaufeln reduzieren das Saugvermögen und sind wegen der schmalen Pumpkanäle schwierig zu fertigen. Setzt man nun in Gl. 23 $t/b = \cos \alpha$ ein, so folgt:

$$K_0 = \exp\left(\frac{u}{\bar{c}g \sin \alpha}\right) \quad (24)$$

In dieser Formel ist der Faktor g unbekannt (siehe auch Gl. 7; Abb. 14), außerdem bleiben die Rückströmverluste unberücksichtigt, so dass daraus keine genauen Werte für das Kompressionsverhältnis erwartet werden können.

4.4 Statistische Betrachtung

Kruger und Shapiro [19] haben 1960 eine statistische Theorie der Turbomolekularpumpe entwickelt und dabei die Durchgangswahrscheinlichkeiten P_{12} und P_{21} von Gasteilchen durch eine mit der Geschwindigkeit u rotierende Schaufelreihe (Abb. 12) berechnet. Sie machten dabei folgende Annahmen:

- Die mittlere freie Weglänge ist größer als die Abstände der Schaufeln (Molekularströmung).
- Die Teilchen haben in den Räumen 1 und 2 eine Maxwell'sche Geschwindigkeitsverteilung.
- Ihre mittlere thermische Geschwindigkeit ändert sich beim Durchgang durch die Stufe nicht.
- Die Desorption von der Schaufeloberfläche folgt dem Cosinusgesetz.

Die Durchgangswahrscheinlichkeiten sind für Geschwindigkeitsverhältnisse $0,1 < u/c_w < 5$ (c_w = wahrscheinlichste Molekülgeschwindigkeit), Schaufelabstands-/Breitenverhältnisse b/t zwischen 0,25 und 2 sowie Schaufelwinkel α zwischen 10° und 60° von Maulbetsch und Shapiro [20] tabelliert worden.

Mit Hilfe der Gl. 9 und 22 können die Ho -Faktoren und mit den Gl. 12 und 24 die Kompressionsverhältnisse für beide Theorieansätze verglichen werden. Bei Schaufelgeschwindigkeiten $u = 400$ m/s und Stickstoff mit einer mittleren thermischen Geschwindigkeit $\bar{c} = 470$ m/s werden Verhältnisse $u/\bar{c} = 0,85$ erreicht, so dass Abb. 13 und 14 realistische Verhältnisse in modernen Turbomolekularpumpen widerspiegeln.

Die Durchgangswahrscheinlichkeiten P_{12} und P_{21} wurden nach [20] aus Tabellen durch Interpolation für die Bedingung $b/t = \cos \alpha$ ermittelt. In Abb. 13 sind die Ho -Faktoren für Geschwindigkeitsverhältnisse $u/c_w = 1$ und $u/c_w = 0,5$ als Funktion des Schaufelwinkels dargestellt. Die Kurven 2 und 4 sind nach Gl. 22 mit $k_e = 1$ und die Kurven 1 und 3 nach Gl. 9 berechnet worden. Messwerte bestätigen die Kurven 2 und 4, insbesondere liegt auch das maximale Saugvermögen bei einem Schaufelwinkel von 45° .

In Abb. 14 sind die Kompressionsverhältnisse nach Gl. 12 über dem Geschwindigkeitsverhältnis u/c_w aufgetragen. Für Werte $u/c_w < 1$ steigt K_0 exponentiell an. Für große Werte werden die Kurven flacher. Passt man die Kurven nach Gl. 24 für $u/c_w = 1$ und $\alpha = 30^\circ$ dem statistisch berechneten Wert an, so erhält man $g = 1,438$.

Errechnet man mit diesem Faktor K_0 nach Gl. 24, so erhält man Kurven 1 bis 5, die für $u/c_w = 1$ und in Turbomolekularpumpen gebräuchlichen Schaufelwinkeln zwischen 20° und 60° recht gut mit den statistisch berechneten Kurven 6 bis 10 übereinstimmen.

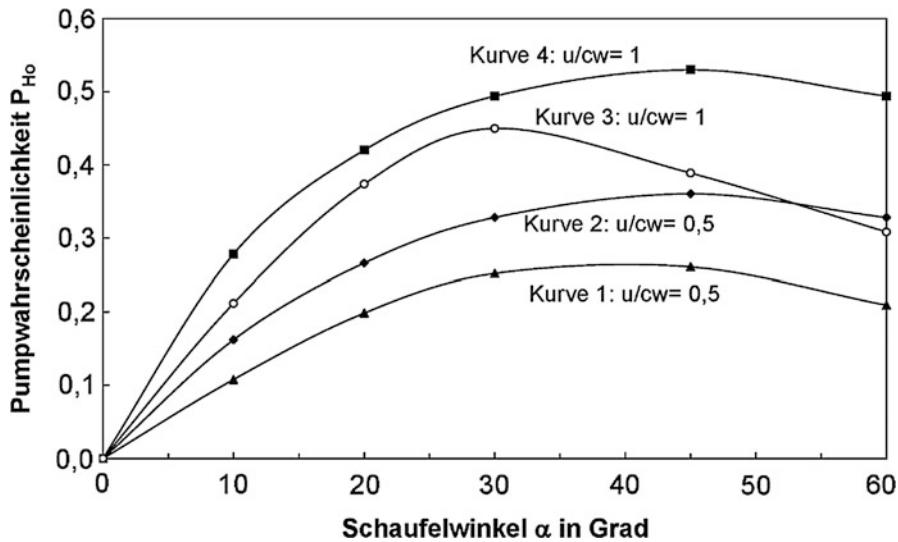


Abb. 13 Pumpwahrscheinlichkeit (Ho -Faktor) $P_{Ho} = P_{12} - P_{21}$ als Funktion des Schaufelwinkels α für optisch dichte Schaufelkonstruktion. Die Kurven 2 und 4 sind nach Geometriedaten Gl. 22 für $k_e = 1$ berechnet, die Kurven 1 und 3 nach statistischen Daten von Maulbetsch [19]. Messwerte zeigen eine bessere Übereinstimmung mit den Kurven 2 und 4

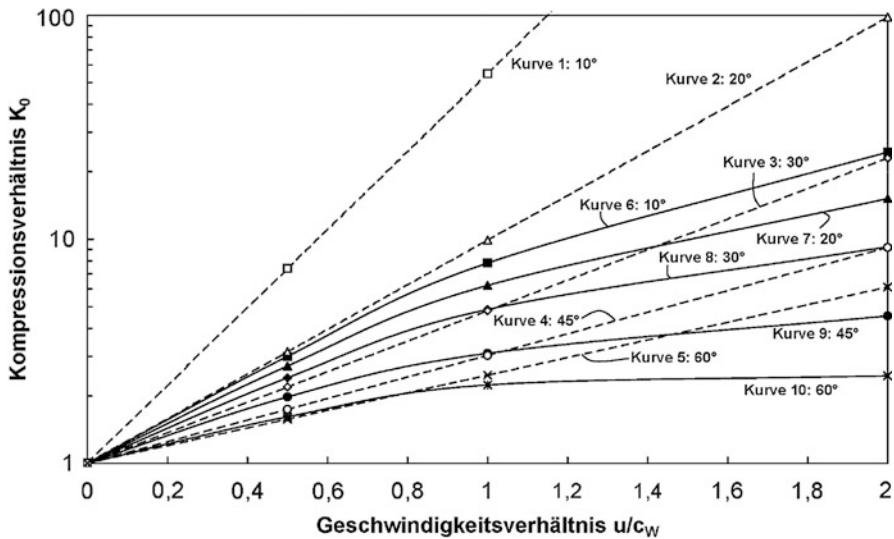


Abb. 14 Kompressionsverhältnis als Funktion des Geschwindigkeitsverhältnisses u/c_w , für optisch dichte Schaufelkonstruktion und verschiedene Schaufelwinkel α . Die Geradenschar (Kurven 1 bis 5) zeigt die nach der Gaede-Formel Gl. 24 berechneten Kompressionsverhältnisse. Durch Anpassen des Kompressionsverhältnisses für $\alpha = 30$ und $u/c_w = 1,1$ an die Kurve 8 wurde der Faktor $g = 1,438$ ermittelt

Mit den so erhaltenen Werten K_0 und $S_0 = C \cdot P_{\text{Ho}}$ kann mit Hilfe der Gl. 17 das Saugvermögen einer Turbomolekularpumpe für verschiedene Gase berechnet werden. Man benutzt Schaufeln mit kleinen Winkeln α auf der Vorpunktseite und in der Ansaugstufe Schaufeln mit $\alpha = 45^\circ$, um das Saugvermögen zu maximieren.

Zur Berechnung und Auslegung von Turbomolekularpumpen werden heute Modelle benutzt, die sich auf die vorgenannten, molekularen Berechnungsverfahren stützen. Aufgrund der gestiegenen Bedeutung des Übergangs- und des viskosen Druckbereiches auch für Turbomolekularpumpen werden heute auch Direct-Simulation-Monte-Carlo-Methoden (DSMC) in die Berechnung eingeführt (siehe ▶ Abschn. 2.3 in Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“). Bei diesen wird versucht, Wechselwirkungen zwischen Molekülen einzubeziehen [21]. Ein zusätzlicher Vorteil ist die bessere grafische Darstellbarkeit der Berechnungsergebnisse, welche das Verständnis der Vorgänge erleichtert. Eine Schwierigkeit der DSMC-Methode liegt allerdings in der notwendigen Rechenzeit [22]. Mit dieser Methode konnte beispielsweise der Einfluss der Rotorschauflernflächen simuliert werden [23].

4.5 Wärmehaushalt

Die Rotoren von Molekular- und Turbomolekularpumpen müssen aufgrund der hohen Drehzahlen und der damit einhergehenden hohen mechanischen Spannungen aus einem hochbelastbaren Werkstoff hergestellt werden, beispielsweise aus Aluminiumlegierungen. Im Dauerbetrieb dürfen materialspezifische Temperaturen nicht überschritten werden, da sonst Festigkeitsverluste und Kriecheffekte auftreten, die im Zusammenspiel mit den mechanischen Spannungen zu Unwuchten des Rotors und im schlimmsten Fall zum Totalschaden des Rotors führen können [24].

Der Wärmehaushalt des Rotors einer Turbomolekularpumpe wird durch folgende Effekte bestimmt: Einerseits erwärmt Gasreibung den Rotor [25], andererseits kann mittels Wärmeleitung im Gas, Strahlung und Wärmeströmung Wärme abgeben werden. Wärmeströmung durch die Temperaturerhöhung des gepumpten Gases ist selbst unter der Annahme, dass das Gas an jeder Pumpstufe deren Temperatur annimmt, gegenüber der Wärmeleitung und Strahlung vernachlässigbar. Dies liegt an den geringen Massenströmen.

Exemplarisch sollen für ein Scheibenpaar die vorgenannten Effekte berechnet werden. In der Turbomolekularpumpe sind Strömungen entweder molekular oder im viskosen Druckbereich wirbelfrei, da die Reynolds-Zahlen sehr klein sind. Axiale Gasdurchmischungen finden, außer durch thermische Bewegung der Moleküle, nicht statt. Deshalb können die in den ▶ Abschn. 2 und 3 in Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ abgeleiteten Formeln für Reibung und Wärmeleitung genutzt werden.

Zur Berechnung der Wärme erzeugenden Gasreibung benutzen wir Gl. 16 in ▶ Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ (Abschn. 2), die für das Rotor- und Statorscheibenpaar eine Turbomolekularpumpe näherungsweise gilt. Die Reibungskraft F_R zwischen zwei Platten der Fläche A , die sich mit der Differenzgeschwindig-

keit $u = u_2 - u_1$ bewegen, gilt nach Gl. 16 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ nach Einsetzen der Gl. 4 und 7 in diesem Kapitel und Auflösen nach F_R :

$$F_R = \frac{4}{\pi} \cdot \frac{A \cdot \bar{l} \cdot p \cdot u}{c(d + 2\bar{l})}.$$

Die Reibleistung P ergibt sich durch Multiplikation der Reibungskraft mit der Geschwindigkeit. Da rotierende Scheiben betrachtet werden, ist eine Integration über den Radius r in den Grenzen R_i bis R_a auszuführen. Zu beachten sind dabei die Beziehungen $A = 2 \pi \cdot r \cdot dr$ und $u(r) = 2 \pi \cdot r \cdot f$, wobei f die Drehfrequenz ist. Ausgangspunkt der Integration ist daher:

$$dP = dF \cdot u(r) = \frac{32\pi^2 \cdot f^2 \cdot p \cdot \bar{l}}{c(d + 2\bar{l})} \cdot r^3 \cdot dr \quad (25)$$

Hierbei wurde in Gl. 4 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“, der Impuls-Akkomodationsfaktor $\sigma_t = 1$ gesetzt, vgl. ► Abschn. 2 in Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“. Integration liefert dann:

$$P_{\text{Reibung}} = \frac{2 \cdot A (u_a^2 + u_i^2) p \cdot \bar{l}}{c \cdot \pi (d + 2\bar{l})}, \quad (26)$$

mit den Schaufelgeschwindigkeiten außen und innen u_a und u_i . Die erzeugte Reibleistung zwischen Rotor- und Statorscheibe verteilt sich je zur Hälfte auf Rotor und Stator. Für kleine Drücke mit $2\bar{l} \gg d$ ist die Reibleistung dem Druck proportional, für hohe Drücke und $2\bar{l} \ll d$ im Laminarbereich wird sie konstant (Abb. 15).

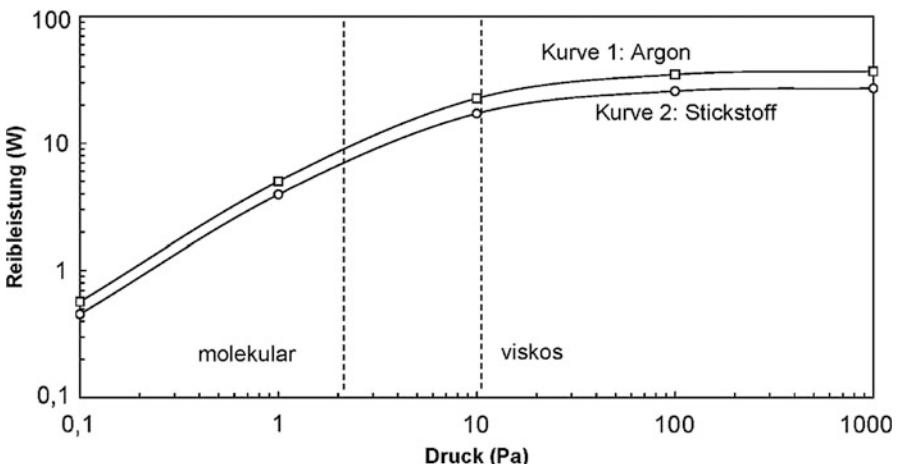


Abb. 15 Reibleistung zwischen Rotor- und Statorscheibe einer HiPace 1500 als Funktion des Druckes für Argon (Kurve 1) und Stickstoff (Kurve 2), berechnet nach Gl. 27

Im nächsten Schritt sollen die beiden erwähnten Wege zur Abgabe von Wärme an den Stator betrachtet werden. Der erste Weg besteht in Wärmeleitung über das Gas zwischen den Scheiben. Zur Berechnung werden in Gl. 34 aus ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ die Beziehungen nach Gl. 26 und 29 ebenfalls aus ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ eingesetzt. Auflösen liefert dann:

$$P_{\text{Leitung}} = \frac{p \cdot \bar{c} \cdot A \cdot \frac{\kappa + 1}{\kappa - 1}}{\left(\frac{4}{a_E} + 2 \frac{d}{\bar{l}}\right)} \cdot \frac{T_2 - T_1}{T_2 + T_1} = \frac{\bar{c} \cdot A \cdot \frac{\kappa + 1}{\kappa - 1} \cdot p \bar{l}}{2(2\bar{l} + d) \cdot (T_2 + T_1)}, \quad (27)$$

wobei $2 T = T_1 + T_2$ ausgenutzt und der in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ erläuterte Energie-Akkomodationsfaktor $a_E = 1$ gesetzt wurde; κ ist der Isentropenexponent. Die Druckabhängigkeit der mittels Wärmeleitung transportierten Leistung verläuft ähnlich der Reibleistung.

Der zweite Weg ist die Wärmeabgabe von der Rotor- an die Statorscheibe durch Strahlung. Die Wärmeleistung zwischen zwei parallelen Scheiben der Fläche A im Abstand d und mit den Temperaturen T_1 und T_2 ergibt sich nach dem Stefan-Boltzmann-Gesetz [26]:

$$P_{\text{Strahlung}} = E \cdot A \cdot \sigma \cdot (T_2^4 - T_1^4) = \frac{A \cdot \sigma}{\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{1}{\varepsilon_2} - 1} \cdot (T_2^4 - T_1^4) \quad (28)$$

mit $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \cdot \text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$.

Bei matten Aluminiumlegierungen, wie sie in Turbomolekularpumpen verwendet werden, gilt für die Emissionsgrade $\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = 0,3$. Durch schwarze Beschichtungen der Scheiben können ε -Werte nahe 1 erreicht werden. Im Allgemeinen weisen diese Schichten eine höhere Gasdesorptionsrate auf, weshalb sie nur für höhere Drücke geeignet sind.

Im stationären Fall ohne Gaslasten wird die durch Gasreibung erzeugte Wärme mittels Wärmeleitung über das Gas und Strahlung abgeführt. Dann gilt:

$$P_{\text{Reibung}} = P_{\text{Leitung}} + P_{\text{Strahlung}} \quad (29)$$

unter Verwendung von Gl. 26, 27 und 28 folgt:

$$\frac{A \cdot (u_a^2 + u_i^2) p \cdot \bar{l}}{\bar{c} \cdot \pi \cdot (d + 2\bar{l})} = \frac{p \cdot \bar{c} \cdot A \frac{\kappa + 1}{\kappa - 1}}{\left(\frac{4}{a_E} + 2 \frac{d}{\bar{l}}\right)} \cdot \frac{T_2 - T_1}{T_2 + T_1} + \frac{A \cdot \sigma}{\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{1}{\varepsilon_2} - 1} \cdot (T_2^4 - T_1^4) \quad (30)$$

Diese Gleichung ist für $T_2 - T_1$ nicht geschlossen lösbar. Lässt man für eine Abschätzung den Strahlungsanteil außer Acht und setzt für $\bar{c}^2 = 8RT/(\pi M)$ (Tab. 10

in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) und $T_1 + T_2 = 2 T$, so sieht man den Einfluss der Gasart auf die Temperaturdifferenz:

$$T_2 - T_1 = \frac{(u_a^2 + u_i^2) \cdot M}{2 \cdot R} \cdot \frac{\kappa - 1}{\kappa + 1} \quad (31)$$

Für Gase mit hohem Molekulargewicht M und nur drei Freiheitsgraden (beispielsweise schwere Edelgase) sind hohe Temperaturdifferenzen zu erwarten. Bemerkenswert ist der größere Einfluss des Molekulargewichts im Vergleich zu den Freiheitsgraden.

Beispiel 2

Argon: $M = 40, f_g = 3, u_a = 452 \text{ m/s}, u_i = 151 \text{ m/s}: T_2 - T_1 = 182 \text{ K!}$

Beispiel 3

Stickstoff: $M = 28, f_g = 5, u_a = 452 \text{ m/s}, u_i = 151 \text{ m/s}: T_2 - T_1 = 76 \text{ K!}$

Die Temperaturdifferenz ist nicht druckabhängig, weil sowohl die erzeugte Reibleistung wie die durch das Gas abgeführte Wärme proportional dem Druck sind. Jedoch sinkt die erzeugte Wärmeleistung P mit fallendem Druck (Abb. 15), so dass bei niedrigen Drücken die Strahlung in der Lage ist, einen wesentlichen Teil der erzeugten Wärmeleistung abzuführen, so dass keine allzu hohen Temperaturen erreicht werden.

Betrachtet wurde ein Paar aus Rotor- und Statorscheibe. Turbomolekularpumpen besitzen in der Regel 5 bis 12 solcher Paare, die in unterschiedlichen Druckbereichen arbeiten. Dabei entsteht die größte Wärmemenge an dem Paar, das dem Pumpenauslass zugewandt ist. Es kommt daher zu einer komplexen Wärmeverteilung und Wärmeleitungseffekten innerhalb des Rotors [27]. Da Turbomolekularpumpen in Prozessen eingesetzt und dabei weniger im Enddruckbetrieb und bei hohen Gaslasten betrieben werden, kann die Temperatur des Prozessgases eine größere Rolle spielen, außerdem können Wirkungsgradverluste im Antrieb auftreten [28]. Gasartabhängige Wechselwirkungen zwischen Gasmolekülen und Oberfläche spielen ebenfalls eine Rolle und sind ebenso wie die tiefere Untersuchung der Wärmeleitung Forschungsgegenstand [29]. Zudem wird versucht, Modelle für Gaede- und Holweckpumpen zu entwickeln [25].

5 Technik von Turbomolekularpumpen

Nach den physikalischen Grundlagen werden im Folgenden die wichtigsten technischen Bauteile und die praktische Anwendung der Turbomolekularpumpen vorgestellt. Besonderes Gewicht hat dabei die Beschreibung des Rotors und seiner Lagerung.

5.1 Aufbau und Wirkungsweise

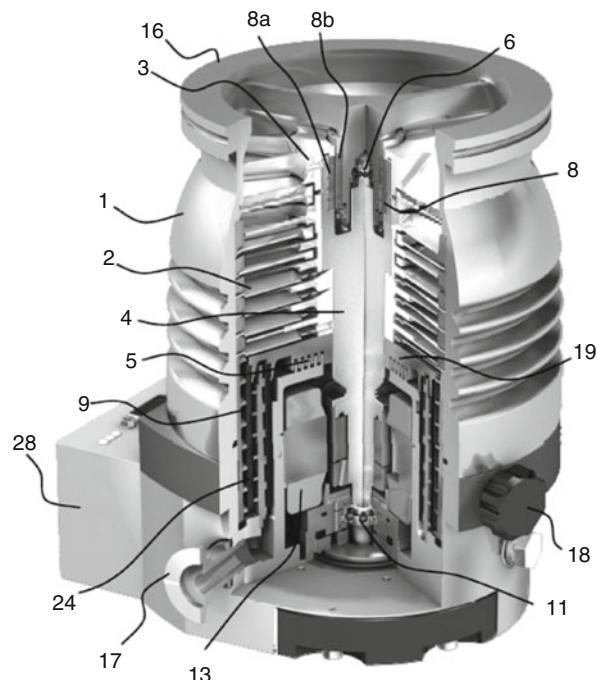
Heutige Turbomolekularpumpen sind, im Gegensatz zu dem in Abb. 2 gezeigten Modell, in „einflutiger“ Bauweise konstruiert, d. h. die erste Hochvakuumpumpstufe ist direkt unter dem Saugflansch angeordnet, um Leitwertverluste zu vermeiden.

Dargestellt ist in Abb. 16 eine Compoundpumpe, d. h. eine Turbomolekularpumpe mit integrierter Molekularpumpstufe. Im Gehäuse (1) befindet sich der von Lagern (8) und (11) getragene Rotor (3). Der Rotor wird von einem Motor (13) in schnelle Drehung versetzt, welcher von einer angeflanschten Antriebselektronik (28) angesteuert wird, siehe auch Abschn. 5.5. Auf einer Welle (4) sind Rotscheiben befestigt, zwischen die diametral geteilte Statorscheiben (2) eingelegt sind. Diese werden von Distanzringen auf axialem Abstand gehalten. Die Molekularstufe ist als Holweckstufe ausgeführt, in welcher mindestens eine an einer Holwecknabe (19) befestigte Holweckhülse (24) innerhalb eines Holweckstators (12) rotiert. Insbesondere bei konzentrischer Anordnung mehrerer Stufen werden auf kurzer Bau-länge sehr hohe Kompressionsverhältnisse bis 10^8 erreicht, wobei bei geringen Spaltweiten zwischen Rotor und Stator der Ausstoßdruck bis auf ca. 1500 Pa ansteigen kann.

Das Gas tritt durch den Saugflansch (16) in die Pumpe ein, wird durch mehrere Turbomolekularpumpstufen verdichtet und durch den Vorvakuumflansch (17) der Vorvakumpumpe zugeführt. Bei reinen Turbomolekularpumpen erreicht man bei hohen Gaslasten Vorvakuumdrücke von ca. 50 Pa.

Abb. 16

Turbomolekularpumpe mit aufgeschrumpften Scheiben auf einer Welle. Durch die beidseitige Lagerung (UHV-taugliches Permanentmagnetlager oben und ölgeschmiertes Kugellager am unteren Wellenende) wird ein günstiges rotordynamisches Verhalten erreicht. 1 Gehäuse; 2 Stator; 3 Rotor; 4 Rotorwelle; 5 Labyrinthdichtung; 6 Fanglager oben; 8 radiales Magnetlager; 11 Kugellager unten; 12 Holweckstator; 13 Motor; 16 Saugflansch; 17 Vorvakuumflansch; 18 Flutventilanschluss; 19 Holwecknabe; 24 Holweckhülsen; 28 Antriebselektronik



Bei Compoundpumpen wird das von den Turbomolekularpumpstufen verdichtete Gas an die Holweckstufen mit geringem Saugvermögen übergeben und von diesen auf den Vorvakuumdruck von 100 bis 1500 Pa verdichtet. Ist der Pumpprozess beendet, so kann die Pumpe über das Flutventil (18) belüftet werden.

Anstelle der hier gezeigten Holweckstufe können auch Pumpstufen nach Gaede [3], Siegbahn [11] oder Seitenkanalpumpstufen [7] eingesetzt werden.

5.2 Turbomolekularpumpenrotoren

5.2.1 Rotorgestaltung

Zwei Rotorbauarten sind heute gebräuchlich. Die erste Bauart ist in Abb. 16 gezeigt und besteht aus einem Rotor mit auf einer Welle aufgeschrumpften Scheiben. Oft wird daher von einem „Scheibenrotor“ gesprochen. Die Welle ist an ihren beiden Enden gelagert: ein für Ultrahochvakuum taugliches Permanentmagnetlager befindet sich ansaugseitig, ein Kugellager ist auf der Vorvakuumseite vorgesehen. Die zweite Bauart wird in der Regel als „Glockenrotor“ bezeichnet. Ein solcher ist in Abb. 17 dargestellt. Bei diesem sind die Schaufeln aus dem äußeren Umfang eines zylindrischen Grundkörpers herausgefräst. Im Zentrum des Grundkörpers wird ein Hohlraum geschaffen, der eine zentrale Welle beinhaltet und Motor und Lagerung aufnimmt.

Bei beiden Bauarten kann ein Teil der vorvakuumseitigen Turbomolekularpumpenscheiben durch eine oder mehrere konzentrische Holweckstufen (12) ersetzt werden, um höhere Ausstoßdrücke zu erreichen, wobei dann Membranpumpen als Vorvakumpumpen benutzt werden können.

Scheibenrotoren bieten den Vorteil, dass für hohe Gasdurchsätze und Vorvakuumdrücke von ca. 100 Pa mehrere Holweckstufen parallel geschaltet werden können. Dazu werden in der Holwecknabe (14) zwischen den beiden Holweckzylin dern Bohrungen angebracht und die Gewindenuten im Stator entsprechend dimensioniert. Ein Teil der Holwecknabe kann genutzt werden, um mittels einer Labyrinthdichtung (5) den Lager- und Motorbereich dynamisch vom Pumpraum abzudichten.

5.2.2 Rotormaterialien und mechanische Anforderungen

Scheiben und Wellen von Rotoren (Abb. 18) werden aus hochfesten Aluminiumlegierungen hergestellt. Diese müssen besondere Kriterien bezüglich Verunreinigungen und Homogenität des Materials erfüllen.

Als Holweckrotoren benutzt man Kohlefaserhülsen. Wegen ihrer geringen Ausdehnung durch Temperatur und Fliehkraft erhält man nahezu gleichbleibende Spalte in den Holweckstufen innen und außen bei allen zulässigen Betriebsbedingungen. Mit solchen Rotoren können Umfangsgeschwindigkeiten bis 500 m/s erreicht werden, ohne die zulässigen Materialspannungen zu überschreiten.

Bei glockenförmigen Rotoren werden die Schaufeln aus dem Vollen heraus ge fräst. Durch den großen Innendurchmesser, in dem der Motor und die Lagerung untergebracht werden müssen, entstehen hohe Tangentialspannungen in der Glocke, die die Drehzahl begrenzen. Bei optimaler Formgebung kann man Umfangsgeschwindigkeiten von 400 m/s erreichen.

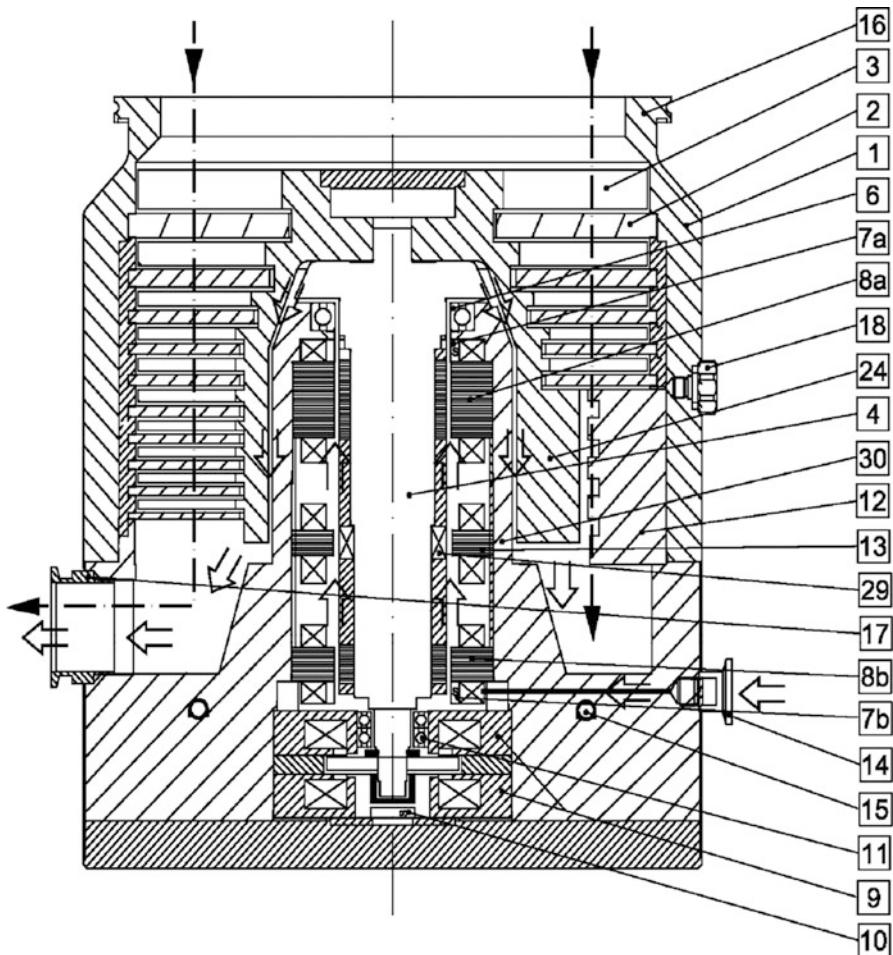


Abb. 17 Magnetgelagerte Turbomolekularpumpe mit glockenförmigem Rotor (*linker Seite*: reine Turbomolekularpumpe; *rechte Seite*: Compoundpumpe mit Holweckstufe). Die Fanglager 6 und 11 stützen den Rotor bei Ausfall der Magnetlager. Bei kugelgelagerten Pumpen gleicher Bauart werden mit Fett geschmierte Lager verwendet. Das obere Lager erhält dann einen kleineren Durchmesser als das Fanglager 6. Die damit verbundene dünne Welle beeinflusst das rotordynamische Verhalten ungünstig. 1 Gehäuse; 2 Stator; 3 Rotor; 4 Rotorwelle; 6 Fanglager oben; 7 Radialsensor; 8 Radiales Magnetlager; 9 Axiales Magnetlager; 10 Axialsensor; 11 Fanglagerpaar unten; 12 Holweckstator; 13 Motor; 14 Sperrgasanschluss; 15 Kühlwasserkanal; 16 Saugflansch; 17 Vorrakuumflansch; 18 Flutventil; 24 Holweckhülse; 29 Antriebsmagnet; 30 Motorhülse; ⇒ Sperrgasstrom; → Prozessgasstrom

5.3 Sicherheitsanforderungen

Die im Rotor einer Molekularpumpe gespeicherte Rotationsenergie ist aufgrund der hohen Nenndrehzahlen beträchtlich. Das Freiwerden dieser Energie ist zwar bei bestimmungsgemäßem Betrieb unwahrscheinlich, kann aber nicht vollkommen

Abb. 18 Rotor mit
Rotorscheiben und
Holweckhülsen, sowie
Holweckstatoren
(Vordergrund) einer
Compoundpumpe



ausgeschlossen werden. Die Pumpenhersteller versuchen durch konstruktive Maßnahmen, beispielsweise durch die Materialwahl und das Definieren der Betriebsbedingungen sowie durch sorgfältige Fertigung und Festlegung von Wartungsintervallen, den Schadensfall zu verhindern. Überbeanspruchung durch Überschreiten von Betriebsgrenzen oder der Eintritt von Gegenständen in das Pumpeninnere können dennoch zu einer Zerstörung des Rotors führen.

In der Norm ISO 27892 sind die denkbaren Schadensfälle, ihre Erzeugung im Labor und die anschließende Dokumentation festgelegt. Es wird unterschieden zwischen einem „Burst“, bei dem ein glockenförmiger Rotor in mehrere Stücke zerreißt oder die Welle eines Scheibenrotors zerbricht, und einem „Crash“, bei dem lediglich die Schaufeln vom Rotor abgetrennt werden.

Das Drehmoment eines Rotors mit dem Trägheitsmoment J und der Nenndrehzahl f ist [30]:

$$M = \frac{d}{dt}(J \cdot 2\pi f) = 2\pi \cdot J \cdot \frac{df}{dt} \quad (32)$$

Das Trägheitsmoment J kann aus der Geometrie des Rotors abgeleitet oder experimentell bestimmt werden. Scheibenrotore besitzen im Vergleich zum Glockenrotor der gleichen Leistungsklasse ein geringeres Trägheitsmoment, da sich die Massen näher an der Drehachse befinden. Da der Rotor von Nenndrehzahl bis zum Stillstand abgebremst wird, kann $\Delta f = f$ gesetzt werden. Die Abbremszeit Δt kann nur experimentell durch Zerstören einer Pumpe bestimmt werden. Sie hängt von der Rotorart ab: Umfangreiche Tests ergaben bei Glockenrotore wenige Millisekunden, bei Scheibenrotoren etwa das Zehnfache davon.

Beispiel 4

Rotorbruch einer Turbomolekularpumpe mit 1500 L/s Saugvermögen, Trägheitsmoment $J = 1,5 \cdot 10^{-2} \text{ kg m}^2$, Drehzahl $f = 600 \text{ Hz}$. Bei einer Bremszeit Δ

$t = 10^{-2}$ s (Scheibenrotor) beträgt das Drehmoment $M = 5655$ N m, bei einer Bremszeit $d = 3$ ms (Glockenrotor) sogar $M = 18.850$ N m. Hierbei wurde der Einfluss der Rotorbauform auf das Trägheitsmoment vernachlässigt.

Die Flanschverbindungen sind für die im Schadensfall auftretenden Drehmomente ausgelegt. Zwingende Voraussetzung ist die Einhaltung aller Montagehinweise. Dies gilt auch für den Probeflug.

Die Gehäuse halten aufgrund der gewählten Wandstärken und Materialien den Rotorbruchstücken stand. Da in einigen Anwendungen toxische Gase (z. B. PH_3 bei der Halbleiterherstellung) gepumpt werden, sind die Gehäuse für den Fall eines Crashes dichtbleibend ausgelegt.

Pumpen mit Scheibenrotoren besitzen aufgrund des Trägheitsmoments und des langsameren Ablaufs Vorteile gegenüber Pumpen mit Glockenrotoren.

5.4 Lagerung von Turbomolekularpumpenrotoren

Aufgrund der unterschiedlichen Anforderungen (hohe Drehzahlen, hohe Temperaturen, Dauerbetrieb, Zyklusbetrieb, beliebige Einbaulage, vibrationsfreier Lauf, Lufteinbruchsicherheit) hängt die Betriebssicherheit und Lebensdauer einer Turbomolekularpumpe wesentlich von der Qualität der Lagerung ab. Grundbedingung für eine lange Lebensdauer der Pumpe ist jedoch ein gut ausgewichteter Rotor: d. h., bei allen Betriebsarten und Temperaturschwankungen sollte die Unwuchtklasse G2 [30] nicht überschritten werden.

Nach dem derzeitigen Stand der Technik stehen folgende Lagerarten zur Verfügung: Kugellager mit Keramikkugeln mit Öl- oder Fettschmierung, Permanentmagnetlager aus SmCo oder NeFeB und aktive Magnetlager. Es werden häufig auch Kombinationen dieser Lager eingesetzt. Leider lassen sich mit keiner Lagerung alle oben angegebenen Forderungen erfüllen.

5.4.1 Welle mit zwei Kugellagern

Da auf der Hochvakuumseite keinerlei Verschmutzung geduldet werden kann, müssen alle geschmierten Lager auf der Vorrakuumseite angebracht werden. Man verwendet bei dieser Konstruktion glockenförmige Rotoren mit Kugellagern (3) und (5) (Abb. 19).

Die Lager sind üblicherweise mit Fett gefüllt. Wegen der besonderen Betriebsbedingungen (Vakuum, hohe Rotortemperaturen) sind nur spezielle Schmierfette für solche Lagerungen geeignet. Um eine ausreichende Lebensdauer der Lager zu erreichen, sind die maximal zulässigen Temperaturen gegenüber ölgeschmierten Wälzlagern stark eingeschränkt. Aus Gründen der Rotordynamik ist ein bestimmter Mindestdurchmesser der Welle erforderlich. Aus dem daraus abgeleiteten mittleren Lagerdurchmesser d_m und der Drehzahl f in U/min erhält man den Drehzahlkennwert $d_m \cdot f$, der bei mit Fett geschmierten Lagern wegen der geforderten Dauerbetriebsfestigkeit deutlich unter dem von mit Öl geschmierten Wälzlagern liegen muss [31, 32]. Außerdem ist die begrenzte Fettgebrauchsduer zu beachten.

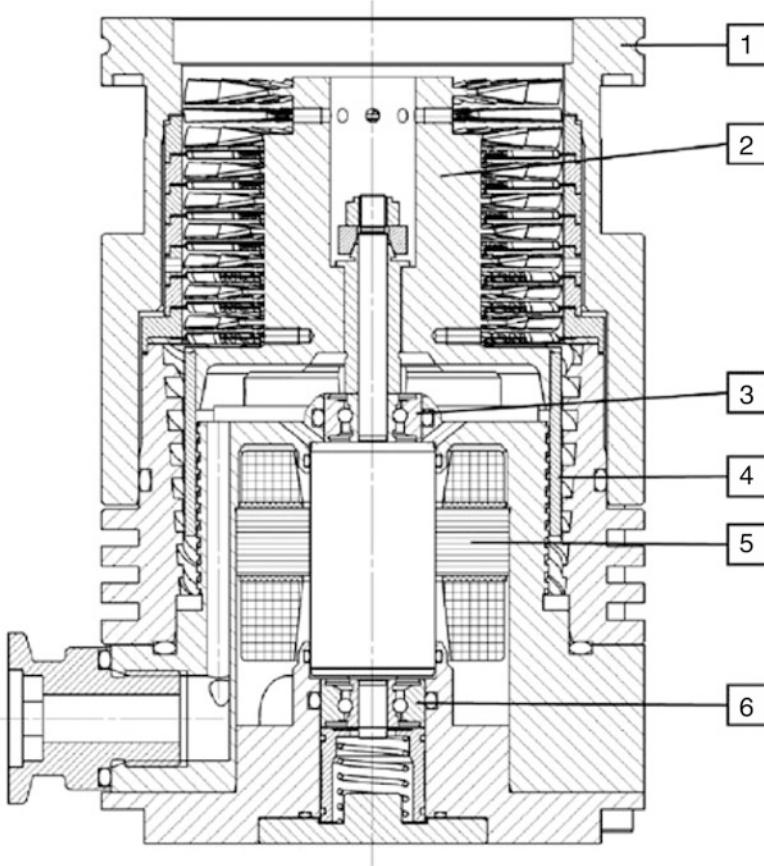


Abb. 19 Turbomolekularpumpe TW 70 H mit fettgeschmierten Kugellagern: 1 Gehäuse; 2 Rotor; 3 oberes Kugellager; 4 Holzweckhülse; 5 Motor; 6 unteres Kugellager

Mit Ölschmierung kann man zwar Drehzahlkennwerte $> 10^6$ mm/min erreichen, jedoch ist die Ölversorgung des oberen Lagers schwierig und es sind nur bestimmte Einbaulagen möglich.

5.4.2 Welle mit Permanentmagnetlager und Kugellager

Durch die Lagerung der Rotorwelle an beiden Enden kann man die im vorigen Abschnitt beschriebenen Probleme umgehen. Mit der Entwicklung gesinterter SmCo-Magnete steht ein UHV-tauglicher Werkstoff für ein Permanentmagnetlager auf der Hochvakuumseite der Pumpe zur Verfügung. Bei der Turbomolekularpumpe nach Abb. 16 besteht das Permanentmagnetlager aus konzentrischen, axial magnetisierten Magnetringen, bei denen sich jeweils gleiche Pole gegenüber stehen [33]. Die Rotorringe (8a) sind in den Rotor eingepresst, die Statorringe (8b) sind innerhalb der Rotorringe auf einem Zapfen gestapelt und über drei Streben mit dem

Gehäuse verbunden. Ein Fanglager (6) schützt den Rotor vor radialem Anlauf bei Transport, Stößen oder starken Vibrationen. Auf der Vorpakumseite ist die Rotorwelle in einem Kugellager gelagert, das auch die vom oberen Lager erzeugten Axialkräfte aufnimmt. Das Kugellager wird mit Öl geschmiert. Bewährt hat es sich, das Kugellager in Ringen aus elastischen Polymeren schwingfähig zu fassen. In jüngerer Zeit wird versucht, das Schwingungsverhalten der Kugellagerfassung mittels flexiblen Metallstrukturen zu verbessern [7].

Bei kleinen Pumpen ($S \leq 500 \text{ L/s}$) benutzt man eine mit Öl getränkte Filzpackung, aus der kleine Ölmengen über einen Schleifkontakt ins Lager gefördert werden. Das zurückfließende Öl wird im Filz gefiltert. Durch die Speicherung des Öls im Filz ist dieses Schmierprinzip zum Betrieb von Pumpen in allen Einbaulagen geeignet.

Bei großen Pumpen ($S > 500 \text{ L/s}$) verwendet man Ölpumpen und Perfluorpolymether-(PFPE)-Öle zur Lagerschmierung. Damit das Öl wieder zur Ölpumpe zurückfließen kann, ist die Einbaulage auf bestimmte Winkellagen beschränkt. In moderne Turbomolekularpumpen ist die Ölführung im Hinblick auf einen möglichst großen Winkellagenbereich optimiert. Für Überkopfbetrieb gibt es Sonderausführungen.

Mit Ölschmierung werden Drehzahlkennwerte $d \cdot m \cdot f > 10^6 \text{ mm/min}$ unter den oben angeführten Bedingungen im Vakuum bei Dauerbetriebsfestigkeit der Lager erreicht, so dass weder Temperatur noch Gebrauchsdauer des Schmiermittels noch die auftretenden Drehzahlkennwerte ein Problem für die Lebensdauer der Lager darstellen.

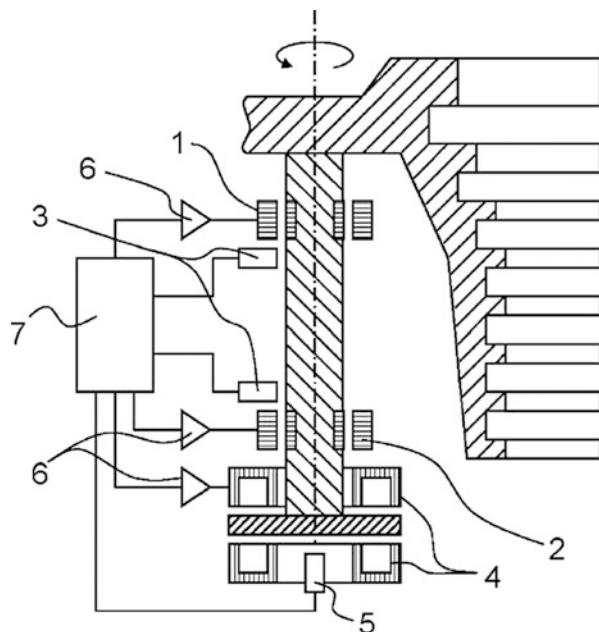
5.4.3 Magnetlagerung

Auf Grund der Anforderungen an die Reinheit des Vakuums sowie des Wunsches nach Wartungsfreiheit und beliebiger Einbaulage wurde die Entwicklung berührungslos magnetisch gelagerter Rotoren vorangetrieben. Wegen des Aufwandes für die aktiven Magnetlager sind magnetisch gelagerte Pumpen teurer als kugelgelagerte. Lange Zeit waren Magnetlagersysteme nur für große Pumpen attraktiv. Dank der sinkenden Kosten für die Regelektroniken hat die Verbreitung stark zugenommen und selbst mittlere Pumpenbaugrößen sind heute magnetisch gelagert erhältlich.

Zur Lagerung eines Rotors müssen fünf Freiheitsgrade der Bewegung stabilisiert werden: Je zwei Richtungen radial in den beiden Lagerebenen und die axiale Richtung [34]. Da eine Lagerung alleine mit Permanentmagneten nicht möglich ist, benutzt man Elektromagnete, deren Ströme über Wegsensoren und Verstärker so geregelt werden, dass der Abstand der Welle zum Stator konstant bleibt. In Abb. 20 ist das Schaltungsprinzip einer magnetisch gelagerten Pumpe nach Abb. 17 dargestellt.

Die radialen Magnetlager (1) und (2) mit den Sensoren (3) stabilisieren die Rotorwelle in der Zeichenebene sowie in der dazu senkrechten Richtung durch gleichartige, nicht dargestellte Spulen und Sensoren. Die beiden Elektromagnete (4), zwischen denen eine Scheibe rotiert, stabilisieren die Welle in axialer Richtung mit Hilfe des Sensors (5). Am oberen und unteren Ende der Welle sind Fanglager angebracht, die beim Transport, Stillstand der Pumpe sowie bei Stößen und starken äußeren Vibrationen eine Berührung zwischen Rotor und Stator verhindern. Ersetzt man das Kugellager in Abb. 16 durch das untere Magnetlager (8b) und das Axiallager (9), so erhält man ebenfalls eine berührungslos magnetisch gelagerte Pumpe.

Abb. 20 Schema einer aktiven 5-Achsen-Magnetlagerung eines Rotors. Senkrecht zur Zeichenebene sind nochmals zwei Radialsensoren und Hubmagnete angeordnet. 1, 2 Radialmagnet; 3 Radialsensoren; 4 Axialmagnete; 5 Axialsensor; 6 Stromverstärker; 7 Regler



Die Ausregelung der durch die Unwucht entstehenden Rotorbewegung erfordert Stellkräfte, die zu gehäuseseitigen Vibrationen führen. Durch Verzicht auf Ausregelung kann ein vibrationsarmer Lauf erzielt werden [34].

Die Stromversorgung sowie die notwendigen Stromverstärker und die Steuerung des Motors sind in der Magnetlagerelektronik eingebaut, die mit einem Kabel an die Pumpe angeschlossen ist. Fällt während des Betriebes der Strom aus, so benutzt man den Motor als Generator, mit dessen Hilfsenergie die Lagerung bis etwa 20 % der Nenndrehzahl versorgt werden kann. Danach läuft der Rotor in den Fanglagern aus. Bei Defekten in der Magnetlagerelektronik, beim Abziehen des Kabels oder bei starkem Lufteinbruch fällt der Rotor in die Fanglager und wird bis zum Stillstand auch mit Hilfe des Motors abgebremst. Besonders kritisch ist der Auslauf des Rotors in den Fanglagern unter Vakuum ohne Motorbremse, weil in diesem Fall die gesamte Rotorenergie in den Fanglagern in Wärme umgewandelt wird. Auf Grund der hohen Belastungen verschleißt die Fanglager schnell und müssen bei häufigem Auftreten der oben genannten Defekte vorbeugend ausgewechselt werden.

5.5 Antriebe und Bedienung

Wegen der hohen Drehzahlen werden Turbomolekularpumpen mit elektronischen Frequenzwandlern angetrieben. Die anfänglich verwendeten 3-Phasen-Asynchronmotoren wurden – wegen des besseren Wirkungsgrades – durch kollektorlose Gleichstrommotoren mit auf der Welle montierten Permanentmagneten ersetzt. Im

Hinblick auf einen schwingungsoptimierten Lauf kommen ebenfalls kollektorlose, sinusförmig kommutierte Synchronantriebe zum Einsatz. Da bei kollektorloser Bauweise kein Strom in der Welle fließt, ist die Rotorerwärmung sehr gering, so dass bei kleinen Pumpen mit $S = 50$ bis 100 L/s Konvektionskühlung möglich ist und lange Lagerlebensdauern erreicht werden. Es gibt Motoren mit Hallsondensteuerung und auch „sensorlose“, bei denen die Rotorstellung aus dem Verlauf der Spulenspannung ermittelt wird. Sensorlose Systeme können leichter eingesetzt werden, wenn chemische Einwirkungen bestehen oder die Pumpen energiereicher Strahlung ausgesetzt sind.

Bei Anwendungen mit hohen Dosen energiereicher Strahlung (Teilchenbeschleuniger), die Halbleiterbauelemente zerstören, muss man zwischen der Antriebselektronik an einem sicheren Ort und der Pumpe lange Kabel (bis 100 m) verwenden, oder es werden Asynchronantriebe mit mechanischen Frequenzwandlern eingesetzt.

Durch die Fortschritte in der Miniaturisierung geht man heute dazu über, die Antriebselektronik und teilweise das Netzteil direkt an die Pumpe anzubauen, um teure Kabel einzusparen. Als Stromversorgung dient ein Gleichstromnetzgerät oder die Netzspannung (Abb. 3). Bei mit Wasser gekühlten Pumpen muss ein Wasserschutz an der angebauten Elektronik vorhanden sein.

Zur Bedienung und Steuerung der Turbomolekularpumpen (siehe auch Abschn. 7) gibt es mehrere Möglichkeiten: Handbedienung, Fernbedienung über Relaisansteuerung und Steuerung mittels Computer über eine serielle Schnittstelle (herstellerspezifisch) oder über ein Feldbusystem mit genormter Schnittstelle, meistens in Verbindung mit einer speicherprogrammierbaren Steuerung.

Zur Bedienung von Hand gibt es Geräte mit Schaltern und Displays. Sie werden meist in die Frontplatten der Stromversorgungsgeräte oder in Pumpstände eingebaut. Mit ihnen kann der größte Teil der Pumpenparameter bedient und angezeigt werden.

Für den Betrieb in Anlagen sind Ein- und Ausgänge vorgesehen, mit denen die wichtigsten Funktionen geschaltet werden können. Einstellungen müssen mit einem Handgerät oder einem Rechner vorgenommen werden. Manche Hersteller bieten Analogeingänge, mit denen Parameter, insbesondere die Drehzahl, eingestellt werden kann. Es gibt Schaltausgänge für Nenndrehzahl und Störung.

Die umfassendsten Steuerungsmöglichkeiten bietet ein Computer über eine Schnittstelle, beispielsweise einer seriellen Schnittstelle wie RS 485. Direkte Kommunikation ist nur mit dem herstellerspezifischen Übertragungsprotokoll möglich. Universelle Steuerungsmöglichkeiten bietet die Verwendung eines Feldbusystems, mit dem dann auch andere Anlagenkomponenten angesprochen werden können. Dazu sind spezielle Feldbuskonverter (Profibus, DeviceNet) erforderlich. Bei Abnahme entsprechender Stückzahlen werden kundenspezifische Schnittstellen bereitgestellt.

5.6 Heizung und Kühlung

Bei der Erzeugung sehr niedriger Drücke von $<10^{-6}$ Pa begrenzt die Desorption von Gasen und Wasserdampf den erreichbaren Enddruck. Durch Ausheizen von

Vakuumkammer und Pumpe kann die Desorptionsrate so weit gesenkt werden, dass Drücke $<10^{-8}$ Pa erreicht werden können. Zu diesem Zweck wird an der Turbomolekularpumpe (Abb. 16) eine Heizmanschette (20) unterhalb des Hochvakuumflansches angebracht und das Gehäuse auf ca. 100 °C aufgeheizt. Pumpen mit Aluminiumgehäuse sind wegen der starken Wärmeableitung zum Ausheizen ungeeignet.

Große Turbomolekularpumpen mit Saugvermögen über 500 L/s, die Prozessgase pumpen, werden mit Wasser gekühlt. Bei angebauten Antriebsgeräten werden auch diese an den Kühlkreislauf angeschlossen. Pumpen von 100 L/s–500 L/s können wahlweise mit Luft- oder Wasserkühlung ausgerüstet werden. Für Anwendungen, die gegen Vibrationen empfindlich sind, werden kleine Turbomolekularpumpen oft ohne Zwangskühlung eingesetzt. Voraussetzung dafür ist der Betrieb ohne Gaslast und eine geringe Leistungsaufnahme der Pumpe im Leerlaufbetrieb.

5.7 Sonderausführungen

Viele Turbomolekularpumpen werden heute in Prozessanlagen und Analysegeräten eingesetzt. In einigen Fällen müssen an Stelle von Standardpumpen Spezialpumpen verwendet werden.

Bei der Halbleiterherstellung, z. B. beim Ätzen von Aluminium mit Hilfe von Chlor, entsteht neben unverbrauchtem Chlor Aluminiumchlorid (Al_2Cl_6), das bei normalen Betriebsbedingungen kondensiert. Da auch Aluminiumbauteile der Pumpen angegriffen werden, schützt man diese durch Beschichtung.

Lager und Motorraum von Korrosivgaspumpen werden durch Einlass von Inertgas über den Anschluss (14) (Abb. 16, 17) geschützt. Durch den Strömungswiderstand der Labyrinthdichtung (5) und den Spalt zwischen Motorhülse (19) und Rotor, durch den das Sperrgas zum Vorvakuumstutzen strömt, erreicht der Druck im Motorraum einige 100 Pa, so dass durch Diffusion gegen die Strömungsrichtung keine nennenswerte Konzentration von Prozessgas dort nachzuweisen ist.

Kondensation von Prozessgasen (Al_2Cl_6) kann durch Beheizen des Vorvakumbereiches verhindert werden. Allerdings muss wegen der gleichzeitig auftretenden Rotorerwärmung durch die Gaslast für Kühlung der Lager gesorgt werden. Einige Hersteller bieten daher sogenannte Temperaturmanagementsysteme an, die diesen Anforderungen Rechnung tragen.

Bei Heliumgegenstromlecksuchern (► Kap. 27, „Leckdetektoren“ und ► Kap. 38, „Lecksuchtechniken“) wird ein Massenspektrometer auf der Turbomolekularpumpe montiert (Abb. 21). Je nach Druck im Prüfling schließt man diesen über Ventile an Anzapfungen oder die Vorvakuumleitung an. Da die Turbomolekularpumpe ein hohes Kompressionsverhältnis für Luft, aber ein geringes für Helium hat, dient die Pumpe für das Massenspektrometer als „Partialdruckverstärker“ für Helium.

In verschiedenen Analysegeräten mit Massenspektrometern werden mehrere Turbomolekularpumpen an durch Blenden separierten Kammern mit unterschiedlichen Druckniveaus benötigt. In solchen Anwendungen haben sich so genannte „Splitflow“-Pumpen bewährt (Abb. 22), welche mehrere Ansaugöffnungen mit

Abb. 21 Compoundpumpe zum Einbau in einen Helium-Lecksucher. Der Prüfling wird wahlweise über Ventile mit den Anschlüssen 2 und 3 verbunden. Der hochvakuumseitige Massenspektrometeranschluss zum Heliumnachweis ist auf der Rückseite. 1 Vorvakuumanschluss; 2 Anschluss Holweckstufe; 3 Anschluss Turbostufe; 4 Anschluss für Massenspektrometer; 5 Antriebselectronik

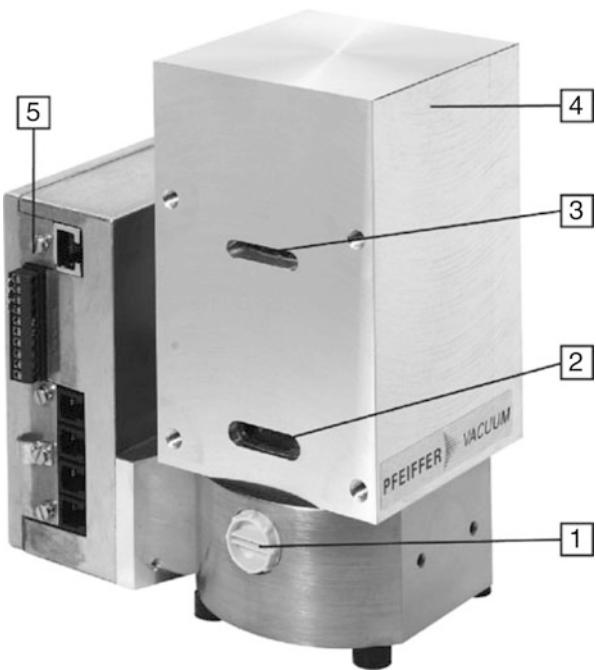


Abb. 22 Splitflow-Pumpe zum Anbau; an eine LCMS-Analysenkammer



angepasstem Saugvermögen besitzen. Jede dieser Ansaugöffnungen ist mit einer der Kammern verbunden, so dass mit einer Vorpumpe und einer Splitflowpumpe sämtliche Kammern evakuiert werden können [35]. Das Können des Vakuumpumpenherstellers zeigt sich in der Auslegung des Pumpensystems der Splitflowpumpe [36].

6 Leistungsdaten von Turbomolekularpumpen

Für den Anwender von besonderem Interesse sind Saugvermögen S , Gasdurchsatz q_{PV} , Enddruck oder Basisdruck p_b , Kompressionsverhältnis K_o sowie die Reinheit des erzeugten Vakuums. Die Messung dieser Daten ist in den internationalen Normen ISO 21360-1 und -2 festgelegt. Speziell für die Turbomolekularpumpe ist die ISO 21360-4 in Vorbereitung (derzeit, 2017, ist noch ISO 5302 in Kraft).

6.1 Saugvermögen

Als Saugvermögen S bezeichnet man den Volumenstrom, der pro Zeiteinheit von der Pumpe gefördert wird. Zur Bestimmung des Saugvermögens lässt man eine Gasmenge $q_{\text{PV}} = p \cdot S$ in einen genormten Messdom ein und misst darin den Druck p (► Kap. 30, „Normen der Vakuumtechnik“).

Für Gase mit Molekulargewichten < 50 sind die Saugvermögen nicht sehr verschieden. Bei geeigneter Abstufung kann man selbst für Wasserstoff mehr als 80 % des Saugvermögenswertes von Stickstoff erreichen. Bei schweren Gasen (Ar) verringert sich das Saugvermögen durch den Eintrittsleitwert der Pumpe. Abb. 23 zeigt das Saugvermögen einer reinen Turbomolekularpumpe TPH 2101 für die Gase Wasserstoff, Helium, Stickstoff und Argon. Im molekularen Strömungsbereich $< 0,1 \text{ Pa}$ ist das Saugvermögen konstant und fällt zwischen 0,1 und 10 Pa stark ab. Ursache dafür ist das im Übergangsbereich zur Laminarströmung fallende Kompressionsverhältnis. Die

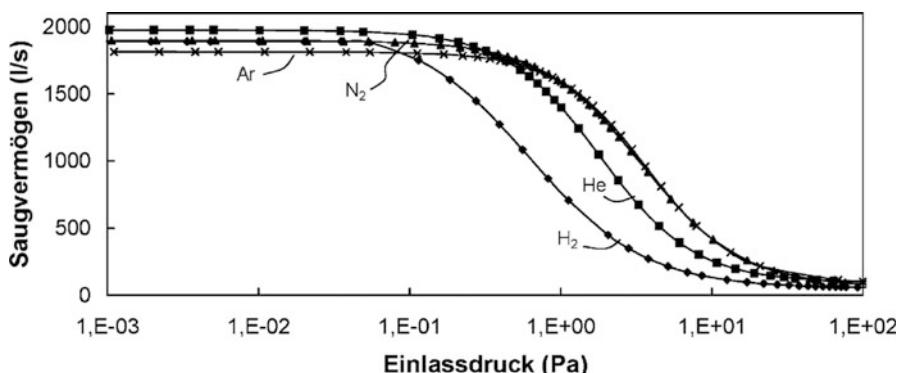


Abb. 23 Saugvermögen einer Turbomolekularpumpe TPH 2101. Die Werte der leichten Gase H₂, He, N₂ weichen wenig voneinander ab. Wegen des höheren Eintrittswiderstandes ist das Saugvermögen für Argon geringer

Verwendung größerer Vorvakuumpumpen verschiebt den Abfall der Saugvermögenskurven nach höherem Druck. Das Saugvermögen von Compoundpumpen hängt im Übergangsbereich zur Laminarströmung weniger stark von der Größe der Vorpumpe ab, da die vorgeschaltete Holweckstufe als „große Vorpumpe“ wirkt.

6.2 Kompressionsverhältnis, Enddruck und Basisdruck

Der maximale Druck, gegen den eine Turbomolekularpumpe verdichtet, wird als Vorvakuumverträglichkeit p_c bezeichnet. Diese beträgt bei reinen Turbomolekularpumpen 10 Pa–100 Pa und bis 2000 Pa bei Compoundpumpen. Will man Enddrücke $p_b < 10^{-8}$ Pa erreichen, so benötigt man Kompressionsverhältnisse, die etwa den Faktor 10 höher liegen als das Verhältnis p_c/p_b . Da sich p_c aus Partialdrücken verschiedener Gase und Dämpfe zusammensetzt ($\text{N}_2, \text{O}_2, \text{H}_2\text{O}, \text{H}_2$), müssen die Kompressionsverhältnisse für die jeweiligen Partialdrücke ebenfalls diese Bedingung erfüllen. Die in den Katalogen der Hersteller angegebenen Basisdrücke liegen oft höher als die minimal nach obigen Kriterien erreichbaren Enddrücke. Der Basisdruck muss nach ISO 5302 nach längstens 48 Stunden Ausheizdauer und weiteren 48 Stunden Wartezeit erreicht werden.

Beispiel 5

Ein Pumpstand aus Compoundpumpe und Membranpumpe ($p_{vv} = 500$ Pa) soll einen Enddruck $< 10^{-8}$ Pa erzeugen. Also ist für N_2 ein Kompressionsverhältnis von $5 \cdot 10^{11}$ erforderlich.

Wegen der Desorption von Wasserstoff und Wasser im Rezipienten können sich diese Gase auf der Vorvakuumseite anreichern und damit den Enddruck begrenzen. Man verwendet deshalb Gasballast an der Membranpumpe, um dem Partialdruckanstieg dieser Gase entgegen zu wirken. Wegen des geringen Wasserstoffanteils in der Atmosphäre reichen bei Compoundpumpen Wasserstoffkompressionsverhältnisse von 10^4 für einen Enddruck von 10^{-8} Pa aus. Höhere als nach diesen Kriterien berechnete Kompressionsverhältnisse bringen keine Vorteile, verteuren aber wegen des technischen Aufwandes die Pumpen.

Kompressionsverhältnisse werden ermittelt, indem man die hochvakuumseitige Partialdruckerhöhung bei Gaseinlass ins Vorvakuum misst. Abb. 24 zeigt typische Kurven für Turbomolekular- und Compoundpumpen. Während bei ersteren ein Vorvakuumdruck von 10 bis 100 Pa erforderlich ist, reichen bei Compoundpumpen 500 bis 1000 Pa aus.

6.3 Auspumpzeiten von Behältern

Zum Auspumpen von Behältern kann man Turbomolekularpumpstände ohne Hochvakuumventil verwenden. Man schaltet bei Atmosphärendruck beide Pumpen ein. Zunächst bestimmt die Vorpumpe die Evakuierungsgeschwindigkeit. Im Bereich von 1000 Pa beginnt die Turbomolekularpumpe zu beschleunigen und erreicht innerhalb

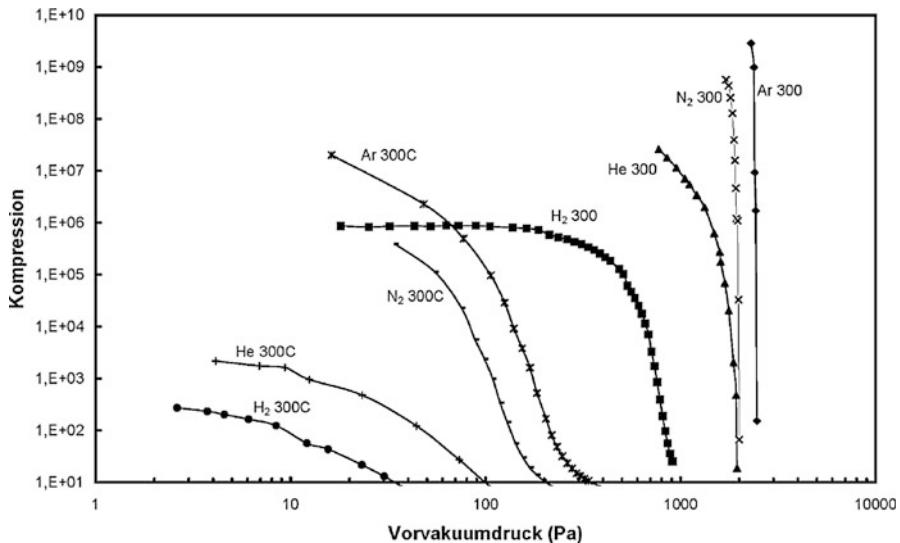


Abb. 24 Kompressionsverhältnisse von Turbomolekular- und Compoundpumpen. Die Kurvenschar links zeigt die Werte einer reinen Turbomolekularpumpe (HiPace 300), die rechte einer Compoundpumpe (HiPace 300C), je mit einem Saugvermögen von 500 L/s. Wegen der höheren Vorvakuumverträglichkeit müssen die Kompressionsverhältnisse der Compoundpumpe höher sein als bei der Turbomolekularpumpe

weniger Minuten (Hochlaufzeit) ihre Nenndrehzahl. Abb. 25 zeigt den Druck-Zeit-Verlauf beim Auspumpen eines 100-L-Behälters mit einer Turbomolekularpumpe mit einem Saugvermögen $S = 210 \text{ L/s}$ (Flanschgröße DN 100) mit verschiedenen Vorpumpen und verschiedenen starken Antriebsgeräten. Man sieht, dass bis zu einem Druck von etwa 100 Pa alleine die Vorpumpe die Auspumpgeschwindigkeit bestimmt. Durch die unterschiedlichen Hochlaufzeiten mit verschiedenen starken Antriebsgeräten ($P = 120 \text{ W}, 260 \text{ W}$) betragen die Zeitunterschiede bei 10^{-2} Pa ca. 2 Minuten.

Die Auspumpzeit t zwischen zwei Drücken p_A und p_E eines Behälters mit dem Volumen V berechnet man nach der Gleichung:

$$t = \frac{V}{S} \ln\left(\frac{p_A}{p_E}\right) \quad (33)$$

Man setzt in den unterschiedlichen Druckbereichen die Saugvermögen der dort wirksamen Pumpen ein.

Beispiel 6

Pumpstand aus Drehschieberpumpe ($S = 4 \text{ L/s}$ im Druckbereich 10^5 bis 10^2 Pa) und Turbomolekularpumpe ($S = 200 \text{ L/s}$ im Druckbereich 10^2 bis 10^{-2} Pa), angeschlossen an einen Behälter mit einem Volumen $V = 100 \text{ L}$. Nach Gl. 33 erhält man für die Drehschieberpumpe die Zeit

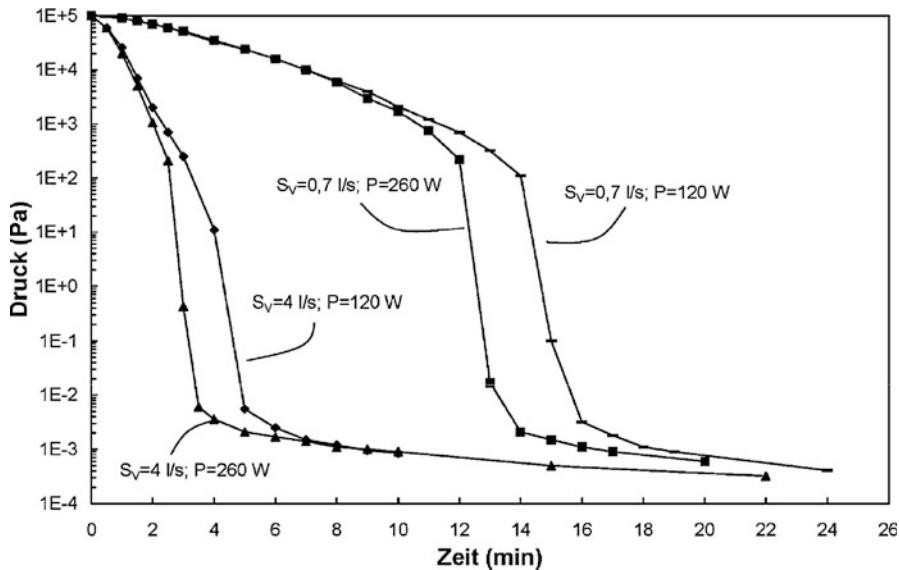


Abb. 25 Auspumpkurven eines 100-L-Behälters mit verschiedenen Vorpumpen und Compoundpumpe mit verschiedenen Antriebsleistungen. Die Hochlaufzeit der Turbomolekularpumpe hat einen starken Einfluss auf die Auspumpzeit. Im Bereich 10^{-3} Pa verhindert die Desorption insbesondere von Wasserdampf das weitere schnelle Absinken des Druckes

$$t_1 = \frac{100}{4} \ln \frac{10^5}{10^2} = 173 \text{ s}$$

und für die Turbomolekularpumpe die Zeit $t_2 = \frac{100}{200} \ln \frac{10^2}{10^{-2}} = 4,6 \text{ s}$

Da die Hochlaufzeiten jedoch abhängig vom Antriebsgerät 40 s oder 160 s betragen, sind die Auspumpzeiten stark von diesen abhängig. Durch Verwendung einer Bypassleitung mit Vorvakuum- und Hochvakuumventil kann durch Zuschalten der laufenden Turbomolekularpumpe bei 100 Pa die Auspumpzeit t_2 auf den oben berechneten Wert gesenkt werden.

6.4 Pumpen hoher Gaslasten

In der Vakuumprozesstechnik werden häufig permanent große Gasmengen $q_{pV} = S \cdot p$ abgepumpt. $S \cdot p$ wird auch als Saugleistung bezeichnet (Abb. 26). Sie steigt im Bereich konstanten Saugvermögens linear mit dem Druck an, erhöht sich nur noch langsam bei fallendem Saugvermögen und mündet dann in die Vorpumpenkennlinie ein. Die damit verbundene Leistungsaufnahme steigt im molekularen Strömungsbereich linear mit dem Druck an und nähert sich im Laminarbereich

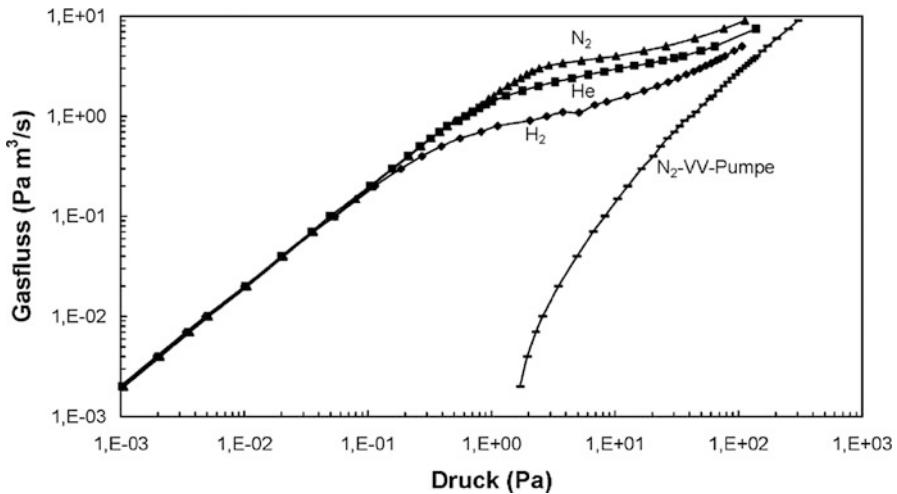


Abb. 26 Gasdurchsatz oder Saugleistung einer Turbomolekularpumpe. Für Ansaugdrücke $> 2 \text{ Pa}$ ist wegen der Leistungsbegrenzung zum Schutz des Rotors die Drehzahl instabil

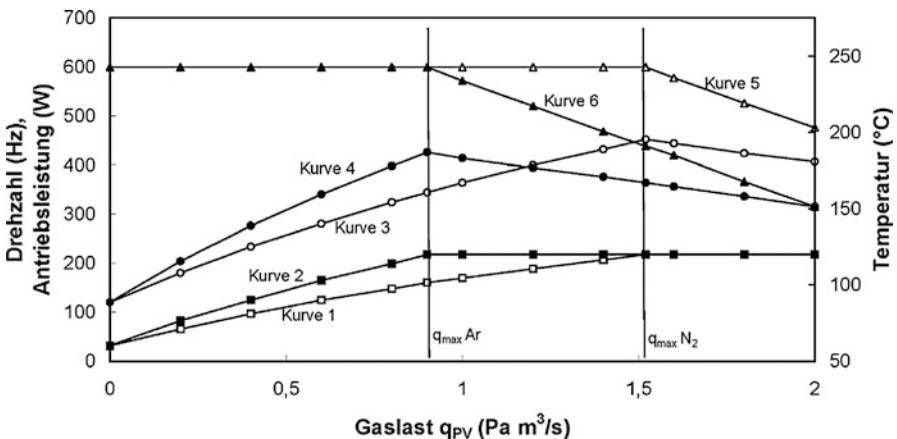


Abb. 27 Rotortemperaturanstieg durch Gaslast. Mit zunehmender Gaslast steigt sowohl die Antriebsleistung (Kurven 1 und 2) als auch die Rotortemperatur (Kurven 3 und 4) an. Erreicht letztere den Maximalwert (120°C), so wird bei weiter ansteigender Gaslast die Antriebsleistung so weit reduziert, dass die Rotortemperatur bei sinkender Drehzahl (Kurven 5+6) etwa konstant bleibt. Bei schweren Edelgasen (Argon) ist die maximale Gaslast q_{\max} bei Nenndrehzahl niedriger als bei mehratomigen Gasen (Stickstoff)

einem Grenzwert. Mit der Leistungsaufnahme erhöht sich auch die Rotortemperatur, die aus Gründen der Betriebssicherheit auf ca. 120°C begrenzt werden muss (Abb. 27).

Leider steht kein kostengünstiges Verfahren zur Messung und Überwachung der Rotortemperatur zur Verfügung. Einige Hersteller überwachen deshalb die Kugel-

lagertemperatur, um den Rotor zu schützen, andere begrenzen bei Überschreiten der maximal zulässigen Gaslast die Antriebsleistung. Da bei schweren Edelgasen (Ar) die maximal zulässige Rotortemperatur schon bei niedrigeren Antriebsleistungen (siehe Abschn. 4.4 erreicht wird als bei mehratomigen Gasen (N_2), sind die Leistungsbeschränkungen gasartabhängig einstellbar.

Die beiden senkrechten Linien Ar und N_2 in Abb. 27 geben die maximalen Gaslasten bei Nenndrehzahl an. Da rechts von diesen Linien die Drehzahl schwankt, stellt man für höhere Gaslasten eine Drehzahl unterhalb der abfallenden Drehzahlkennlinien ein und erhält so wieder drehzahlstabilen Betrieb, allerdings bei verringerterem Saugvermögen.

7 Betrieb und Wartung von Turbomolekularpumpen

7.1 Wahl der Vorpumpe

Das Saugvermögen der benutzten Vorpumpe soll zwischen 1 und 10 % des Turbopumpensaugvermögens betragen. Bei großen Behältern und hohen Gasdurchsätzen sind größere Vorpumpen zu verwenden. Bei reinen Turbomolekularpumpen verwendet man zweistufige Drehschieberpumpen oder trockene Vorpumpen mit einem Enddruck <10 Pa. Bei Compoundpumpen können die Vorpakuumpumpen wegen der höheren Vorpakuumverträglichkeit kleiner ausgelegt werden.

7.2 Allgemeine Hinweise

Zur Vermeidung größerer Strömungsverluste wird die Turbomolekularpumpe möglichst direkt mit dem Ansaugflansch an den Rezipienten angeflanscht. Bei der Montage ist auf Sauberkeit zu achten. Bei UHV-Anwendung dürfen nur Metalldichtungen verwendet werden. Zum Schutz der Pumpe vor hereinfallenden Teilen können Schutzgitter vor dem Saugflansch eingebaut werden, die jedoch das Saugvermögen um 5 bis 20 % reduzieren. Bei vibrationsempfindlichen Anwendungen können Dämpfungskörper zwischen Pumpe und Rezipient montiert werden.

Wegen der Gefahren bei zufälligem Rotorbruch, siehe Abschn. 5.3, sind die Befestigungsvorschriften des Herstellers genau zu beachten.

7.3 Einschalten

Im Allgemeinen sollte die Turbomolekularpumpe gleichzeitig mit der Vorpakuumpumpe gestartet werden, damit eine Öldampfrückströmung in den Rezipienten verhindert wird. Nur bei einer Auspumpzeit von mehr als 10 Minuten bis zur Vorpakuumverträglichkeit, die man nach Gl. 33 berechnen kann, ist die Turbomolekularpumpe verzögert einzuschalten.

7.4 Erreichen des Basisdruckes

Sollen Drücke $< 10^{-6}$ Pa erreicht werden, so muss die Turbomolekularpumpe und der Rezipient ausgeheizt werden. Wird für den Rezipienten eine höhere Ausheiztemperatur als für die Pumpe gewählt, so ist die auf den Rotor eingestrahlte Leistung nach Gl. 32 zu berechnen; sie darf die vom Hersteller erlaubte nicht überschreiten. Je nach Temperatur reichen Heizzeiten zwischen 3 und 48 Stunden aus, um den Basisdruck im Bereich $< 10^{-8}$ Pa zu erreichen. Im Restgas sollten dann nur noch die Massen 2 (Wasserstoff), 18/16 (Wasser), 28 (CO) und 44 (CO₂) vorhanden sein. Diese Bestandteile desorbieren laufend aus der Metalloberfläche des Edelstahlrezipienten.

7.5 Betrieb in Magnetfeldern

Magnetfelder erzeugen in den rotierenden Teilen der Pumpe Wirbelströme, so dass es zu einer Erwärmung des Rotors kommt. Da die Verlustleistung bei Hochvakuumbetrieb nur über Wärmestrahlung abgeführt werden kann, muss die magnetische Induktion durch ferromagnetische Abschirmungen auf 5 bis 10 mT begrenzt werden.

7.6 Belüften

Turbomolekularpumpen sollen nach dem Abschalten belüftet werden, um Rückdiffusion von Kohlenwasserstoffen von der Vorvakuumseite durch die Pumpe zu verhindern. Der Gaseinlass erfolgt über eine spezielle Gaseinlassöffnung zwischen den untersten Turbinenscheiben oder bei Compoundpumpen oberhalb der Holweckstufe. Zum Fluten stehen automatische Fluteinrichtungen zur Verfügung, die erst nach Unterschreiten eines einstellbaren Drehzahlschaltpunktes für eine einstellbare Zeit fluten. Damit wird bei kurzzeitigem Stromausfall auch ein Belüften der Vakuumanlage verhindert. Durch Fluten mit trockenem Inertgas an Stelle von Raumluft wird Eintrag von Wasserdampf in die Pumpe vermieden. Auf diese Art wird sowohl bei erneutem Abspumpen die Zeit zum Erreichen des geforderten Enddruckes vermindert; als auch chemische Reaktion des Wassers mit eventuellen Rückständen aus Vakuumprozessen verhindert.

Die Lager von Turbomolekularpumpen werden so ausgelegt, dass auch bei versehentlichem Belüften durch große Querschnitte keine Defekte entstehen, eine Verringerung der Lagerlebensdauer kann jedoch eintreten. Daher sollten bestimmte Druckanstiegsgeschwindigkeiten beim Belüften nicht überschritten werden.

7.7 Wartung

Da Turbomolekularpumpen zum großen Teil in teuren Anlagen (Beschichtung, Halbleiterherstellung, Teilchenbeschleuniger) eingesetzt werden, bei denen Stillstandszeiten

mit hohen Kosten verbunden sind, verlangen die Anwender möglichst wartungsfreie Pumpen. Zumindest soll durch vorbeugende Wartung ein sicherer Betrieb während einer Produktionsperiode gewährleistet sein.

Betrachten wir zunächst Pumpen mit Kugellagern. Bei Schmierung mit Öl sollte dieses gemäß Herstellerangabe gewechselt werden. Bei fluorierten Ölen (z. B. PFPE) ist ein Ölwechsel bei sauberen Bedingungen nicht erforderlich, da dieses Öl keinem Alterungsprozess unterliegt. Bei prozessbedingten Verunreinigungen ist die Festlegung von Ölwechselintervallen angebracht. Bei Bedarf können auch Lager einfach ausgewechselt werden, sofern dies ohne Nachwuchten des Rotors möglich ist.

Bei Fettschmierung sind die Lager nach Ende der Fettgebrauchsduauer auszuwechseln, da ein Nachschmieren ohne Risiko einer Lebensdauerminderung nicht möglich ist. Bei Pumpen mit glockenförmigem Rotor und zwei Kugellagern sind dazu Teile der Rotorwelle zu demontieren, wodurch unter Umständen Nachwuchten des Rotors erforderlich ist.

In magnetisch gelagerten Pumpen verschleißt die Fanglager. Sie sind für ca. 20 Rotorabstürze bei voller Drehzahl und 200 Ausläufe bei längerem Stromausfall geeignet. Treten solche Ereignisse häufiger auf, so sind die Fanglager vorbeugend zu wechseln.

Bei Prozessen mit starkem Staubanfall kann der Lagerraum der Pumpen durch Einlass von Sperrgas vor Verschmutzung geschützt werden. Staub, der sich an den Rotorschaufeln anlagert, kann zu verstärkter Unwucht führen. Große Mengen Staub können auch die Pumpkanäle verstopfen, so dass nach bestimmten, vom Prozess abhängigen Betriebszeiten die Pumpen demontiert und gereinigt werden müssen.

8 Anwendungen

Die Hauptanwendungsgebiete sind Vakuumprozesstechnik, Analytik und physikalische Forschung. Tab. 1 zeigt die Anwendungsgebiete und Techniken. Besonders in der Vakuumprozesstechnik werden an die Turbomolekularpumpen hohe Anforderungen gestellt. Die Gasdurchsätze bei den geforderten Prozessdrücken dürfen nicht zur Rotorüberhitzung führen (siehe Abschn. 6.4). Eine ausreichend große Vorpumpe ist zu wählen. Zum Pumpen korrosiver oder toxischer Gase bieten die Hersteller Pumpen mit Korrosionsschutz an. Sperrgas schützt in solchen Fällen Lager und Motor. Bei kondensierenden Reaktionsprodukten ist eine Beheizung des Vorräumes erforderlich (siehe Abschn. 5.7). Bei Vakuumprozessen, die in Zyklen mit unterschiedlichen Gasen und Gaslasten ablaufen, sind zur Optimierung Applikationsversuche erforderlich. Bei hohen Gaslasten ist Wasserkühlung vorzusehen.

Besonders in der Halbleitertechnik sowie bei der Beschichtung von Solarzellen, Folien und Bauglas werden heute Anlagen von 10 bis 50 m Länge und bis zu 8 m Breite gebaut, auf denen 10 bis 80 Turbomolekularpumpen im Einsatz sind

Tab. 1 Anwendungen von Turbomolekularpumpen

Anwendungsgebiet	Arbeitsdruck (Pa)	Verfahren	Anforderungen
Analytik:			
Material- und Oberflächenanalytik	10^{-5}	AUGER, SIMS, LAMMA	Sauberer Vakuum, geringe Vibrationen
Umweltanalytik Medizin Prozessanalytik	$<10^{-2}$	Massenspektrometrie LCMS, GCMS, ICPMS, TOF	Kleine leichte Pumpen, geringe Verlustleistung, Spezialpumpen: „Split-flow“ mit mehreren Anzapfungen
Elektronenmikroskopie	$<10^{-2}$	REM, FEM	Sauberer Vakuum, geringe Vibrationen
Lecksuche	$<10^{-2}$	He-Massenspektrometrie	Klein, leicht, mehrere Anzapfungen
Industrieprozesse:			
Röhren- und Lampenfertigung	10^{-4}	Automatische Anlagen zum Abpumpen, Beschichten und Abschmelzen	Häufige Belüftung, unempfindlich gegen Vibrationen und Stäube
Schleusen	10^{-2}	Vakuumerzeugung	Häufige Belüftung, schnelles Abpumpen
Optische Oberflächenvergütung Metallisierung	10^{-1}	Sputtern, Bedampfen (PVD)	Hohes Saugvermögen, hohe Gaslasten, sauberer Vakuum
Verschleißschutz	10^{-1}	Hartstoffsichten	Hohe Temperaturen, unempfindlich gegen Stäube und Dämpfe
Dekorative Schichten	10^{-1}	PVD	Hohe Gaslasten
Solarzellen	10^{-1}	PVD, CVD	Hohes Saugvermögen, hohe Gaslasten
Halbleiterfertigung	$10^{-7}\text{--}10^{-1}$	Ionenimplantationen Dielektrische Schichten, PVD, CVD-Ätzen, RIE	Betrieb auf Hochspannung; Korrosionsschutz, hohe Gaslasten; beheizbarer Vorpakuumraum
Forschung+Entwicklung:			
Diverse	10^{-8}	UHV-Erzeugung	Hohes Kompressionsverhältnis, Metallabdichtung, Gehäuseheizung Strahlungsbeständigkeit
Beschleuniger	10^{-4}	Vakuumerzeugung	Strahlungsbeständigkeit
Fusion	$10^{-4}\text{--}10^{-1}$	H_2 und He abpumpen	Tritiumfest, Metallabdichtung

Abb. 28 PVD-Beschichtungsanlage mit Turbomolekularpumpen TPH 2301 für Lichtreflektoren. In die sogenannte air-to-air Anlage wird das Aluminiumband von einer Rolle ein- und nach dem kontinuierlichen Beschichtungsvorgang wieder ausgeschleust. Das Auftragen mehrerer Schichten auf eloxiertes Aluminium erhöht dessen Lichtreflexion auf 95 %, wodurch der Wirkungsgrad von Lampen um 10 bis 20 % erhöht wird



(Abb. 28). In der Analytik werden neben Lecksuchern auch *Liquid-Chromatography-mass-spectrometry*-(LCMS)- und *Gas-Chromatography-mass-spectrometry*-(GCMS)-Geräte in großen Stückzahlen zum Einsatz in Laboren für Umweltanalytik gebaut. Es handelt sich hierbei um Tischgeräte.

Beim Einsatz von Turbomolekularpumpen bei der physikalischen Forschung treten häufig hohe Dosen energiereicher Strahlung auf. Diese zerstören Halbleiterbauelemente sowie verschiedene Kunststoffe. Die elektronischen Antriebsgeräte müssen darum an einem sicheren Ort aufgestellt und mit langen Kabeln mit den Pumpen verbunden werden.

Zum Auspumpen von Behältern für unterschiedliche Anwendungen stehen gebrauchsfertige Pumpstände zur Verfügung, die mit unterschiedlichen Turbomolekularpumpen und Vorvakuumpumpen ausgestattet werden können.

Literatur

1. DIN 28400: Teil 2, Vakuumtechnik Benennungen und Definitionen. Beuth Verlag, Berlin (1980)
2. Becker, W.: Eine neue MolekularpumpeVakuum-Technik 7, 149–152 (1958)

3. Gaede, W.: Ann. Physik (Leipzig) **41**, 337–380 (1913)
4. Bijker, M.D., Bosch, R.C.M., Conrad, A.: Aspects of fast load lock designs in vacuum manufacturing equipment. J. Vac. Sci. Technol. A **29**(1), 011010 (2011)
5. Shirinov, A.: Hochvakuumpumpe gegen Atmosphäre. Vak. Forsch. Prax. **22**, 10–14 (2010)
6. Chew, A.D.: EPX – die Ein-Pumpen-Lösung. Vak. Forsch. Prax. **20**(6), 6–11 (2008)
7. Chew, A., et al.: Improvements in the performance of turbomolecular pumps. Vak. Forsch. Prax. **23**(3), 14–18 (2011)
8. Holweck, F.: Helicoidal molecular pump. Acad. C.R. Science. Paris **177**, 43 (1923)
9. Sharipov, F., Fahrenbach, P., Zipp, A.: Numerical modelling of Holweck pump. J. Vac. Sci. Technol. A **23**, 1331–1329 (2005)
10. Boulon, O., Mathes, R.: Flow modelling of a Holweck pump stage in the viscous regime. Vacuum **60**, 73–83 (2001)
11. Siegbahn, M.: A new design for a high vacuum pump Arch. Math. Astr. Fys. **30B** (1943)
12. Giors, S., Campagna, L., Emelli, E.: New spiral molecular drag stage design for high compression ratio, compact turbomolecular-drag pumps. J. Vac. Sci. Technol. A **28**(4), 931–936 (2010)
13. Der Abschn. 19.3 entstand unter Mitwirkung von Nigel Schofield, Edwards company, UK
14. Chew, A.D., Galtry, M., Livesey, R.G., Stones, I.: Towards the single pump solution: recent development in high speed machines for dry vacuum pumping. J. Vac. Sci. Technol. A**23**, 1314 (2005)
15. Sixsmith, H., Altmann, H.: A Regenerative Compressor, J. Eng. Ind. 637–647 (1977)
16. Knudsen, M.: Das Cosinusgesetz in der kinetischen Gastheorie. Ann. Phys. **48**, 1113–1121 (1915)
17. Edelmann, V.: Grundlagen, Vakuumerzeugung und -messung, Anwendungen. Spektrum, Akad. Verl, Heidelberg (1998)
18. Bernhardt, K.H.: Calculation of the pumping speed of turbomolecular vacuum pumps by means of simple mechanical data J. Vac. Sci. Technol. A**1**(2), 136–139 (1983)
19. Kruger, C.H.: The axial-flow compressor in the free-molecular range. Naval Res. Rep. Contr. Nonr. **1841**(55) (1960)
20. Maulbetsch, J.S., Shapiro, A.H.: Free-Molecule Flow in the Axial-Flow Turbo-Vacuum Pump. Final Report, Office of Naval Research Contract Nonr-1841(55), March 1963
21. Bird, G.A.: Molecular Gas Dynamics and the Direct Simulation of Gas Flows, Bd. 2. Oxford Science Publications, New York (1994)
22. Alexander, F.J., Garcia, A.L.: The direct simulation Monte Carlo method. Comput Phys **11**(6), 588–593 (1997)
23. Bird, G.A.: Effect of inlet guide vanes and sharp blades on the performance of a turbomolecular pump. J. Vac. Sci. Technol. A **29**(1), 011016-1–011016-6 (2011)
24. Aluminium Taschenbuch, Bd. 1. Grundlagen und Werkstoffe, 152 ff. Aluminium-Verlag, Düsseldorf (1998)
25. Cerruti, R., Spagnol, M., Helmer, J.C.: Power dissipation in turbomolecular pumps at high pressure. J. Vac. Sci. Technol. A **17**(5), 3096–3102 (1999)
26. VDI-Wärmeatlas: Berechnungsblätter für den Wärmeübergang, Verein Deutscher Ingenieure. Springer (1997)
27. Blumenthal, R., Hillegas, S., Kalisch, D., Kuhn, M., Latam, C.: Vacuum requirements for advanced deposition processes, NanoS. Nanotech. J. **1**, 28–32 (2005)
28. Froitzheim, M., Heppekusen, J.: Erweiterter Einsatz von Turbomolekular Vakuumpumpen durch Beschichtungen. Vak. Forsch. Prax. **20**(3), 20–28 (2008)
29. Sharipov, F., Bertoldo, G.: Heat transfer trough a rarefied gas confined between two coaxial cylinders with high radius ratio. J. Vac. Sci. Technol. A **24**(6), 2087–2093 (2006)
30. Anforderungen an die Auswuchtgüte starrer Rotoren, Deutsche Norm DIN ISO 1940-1-03 (1940)
31. Produktinformation 5.429d, Firmenschrift: Klüber Lubrication München (Ausgabe 05.2000) (2000)
32. GfT-Arbeitsblatt 3, Wälzlagerschmierung. Gesellschaft für Tribologie e.V., Moers (1993).

33. Marinescu, M.: Dauermagnetische Radiallager. Firmenschrift: Marinescu Ing.-Büro für Magnettechnik, Frankfurt a. M. (1982)
34. Schweitzer, G., Bleuler, H., Traxler, A.: Active magnetic bearings. Hochschulverlag AG an der ETH, Zürich (1994)
35. Conrad, A., Ganschow, O.: The impact of analytical instrument technology to vacuum pumping systems. Vacuum **47**, 575–672 (1996)
36. Conrad, A., Ganschow, O.: Vakuumpumpsystem, Deutsches Patent DE DE4331589 A1, 30 Juni 1994



Passive Sorptionspumpen

20

Karl Jousten und Paolo Manini

Zusammenfassung

In diesem Kapitel werden die Pumpweise und Kenndaten von Adsorptionspumpen, Titansublimationspumpen, Getterpumpen und NEG-Pumpen beschrieben. Diese Pumpen gehören zu den sogenannten passiven Sorptionspumpen, bei denen die auf sie auftreffenden Gasteilchen durch Physis- oder Chemisorption gebunden werden. Bei Volumgetter wird zusätzlich der Effekt der Diffusion in das Absorbermaterial genutzt.

1 Einleitung

Unter Sorptionspumpen versteht man Anordnungen, bei denen auftreffende Gasteilchen durch Sorption (vgl. ► Kap. 11, „Sorption und Diffusion“) an geeigneten Oberflächen gebunden werden. Dadurch wird der Gasdruck im Behälter vermindert. Sorptionspumpen wirken also als Gasfalle, ohne dass das Gas wie bei einer eigentlichen „Pumpe“ durch die Pumpe gefördert wird. Man setzt Sorptionspumpen im ganzen Vakuumdruckbereich ein, um kohlenwasserstofffreies Vakuum zu erzeugen, vor allem aber in der UHV-Technik.

Eine Einteilung der Sorptionspumpen wurde bereits in ► Kap. 12, „Allgemeine Einteilung der Vakuumpumpen und Grundlagen der Verdrängervakuumpumpen“ vorgenommen (Abb. 2 in diesem Kapitel). Passive Sorptionspumpen arbeiten während der Pumpzeit ohne externe Energieversorgung.

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland
E-Mail: karl.jousten@ptb.de

P. Manini

SAES Getters SpA, Lainate, Italien
E-Mail: Paolo_Manini@saes-group.com

Bei *Adsorptionspumpen* kommt die Pumpwirkung dadurch zustande, dass manche Feststoffe insbesondere bei tiefen Temperaturen erhebliche Gasmengen binden. Das Gas wird hauptsächlich durch Physisorption an Stoffen mit sehr großer spezifischer Oberfläche gebunden. Sie werden im Grob- und Feinvakumbereich eingesetzt.

Die *Getterpumpe* ist eine Sorptionspumpe, in der Gas hauptsächlich durch Chemisorption an ein Gettermaterial gebunden wird. Dies ist meist ein Metall oder eine Metallegierung entweder in Form von Vollmaterial oder einer frisch niedergeschlagenen dünnen Schicht.

Man spricht von *Volumengetterpumpen*, wenn das Gas durch einen kompakten Getterkörper nicht nur an der Oberfläche adsorbiert wird, sondern auch in dessen Inneres eindiffundiert. Um z. B. das Vakuum kleiner abgeschlossener Systeme, wie etwa bei Vakuumisolationen oder Röntgenröhren, zu verbessern oder aufrecht zu erhalten, werden bestimmte Fremdstoffe als Getterstoffe im System mit eingeschlossen, die Gase und Dämpfe sorbieren. Heute dominieren vor allem die sogenannten NEG-Pumpen (non evaporable getter) den Bereich der Volumengetter.

Bei den sogenannten *Verdampfer-Getterpumpen* (Sublimations-Getter) wird dagegen Gas an der Oberfläche ständig oder intermittierend frisch aufgedampfter dünner Getterflächen adsorbiert.

Volumen- und Verdampfergetterpumpen können Edelgase und andere chemisch relativ passive Gase wie beispielsweise Methan nicht pumpen. Um auch diese Gase zu pumpen, wurden die Ionengetterpumpen (► Kap. 21, „*Aktive Sorptionspumpen*“) entwickelt.

2 Adsorptionspumpen

2.1 Wirkungsweise

Manche porösen Stoffe, hauptsächlich Aktivkohle und Zeolith, besitzen eine sehr große spezifische (d. h. auf die Masse m der porösen Festkörpersubstanz bezogene) Oberfläche der Größenordnung $A_m = A/m \approx 10^6 \text{ m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$. Daher ist die Gasaufnahmefähigkeit solcher Stoffe durch Adsorption an diesen inneren Oberflächen beträchtlich. Nach Beispiel 1 in ► Kap. 11, „*Sorption und Diffusion*“) ist bei monoatomarer Bedeckung einer Oberfläche durch Adteilchen die flächenbezogene Teilchenanzahldichte $\tilde{n}_{\text{mono}} \approx 10^{15} \text{ cm}^{-2}$, d. h., dass auf einem Quadratzentimeter etwa 10^{15} Teilchen eng gepackt sitzen. Dem entspricht eine flächenbezogene adsorbierte Stoffmenge $\tilde{\nu}_{\text{mono}} = \tilde{n}_{\text{mono}}/N_A \approx 10^{15} \text{ cm}^{-2}/(6 \cdot 10^{23}) \text{ mol}^{-1} = 1,7 \cdot 10^{-9} \text{ mol} \cdot \text{cm}^{-2}$ (N_A ist die Avogadro-Konstante). Mit der Zustandsgleichung $pV = NkT$ erhält man die flächenbezogene adsorbierte (pV)-Menge

$$\tilde{b} = \frac{pV}{A} = \frac{N}{A}kT = \tilde{n}kT \quad (1)$$

und daraus durch Multiplikation mit der spezifischen Oberfläche A_m des Adsorbens die massenbezogene adsorbierte (pV)-Menge

$$\tilde{\mu} = \frac{pV}{A} \cdot \frac{A}{m} = \tilde{n}kTA_m \quad (2)$$

Die Gl. 1 und 2 zeigen, dass in der Angabe von (pV)-Mengen die Angabe der Temperatur, bei der die (pV)-Mengen gemessen werden, notwendig ist. Daher ist es zweckmäßig und im Allgemeinen sogar notwendig, die (pV)-Mengen-Angaben immer auf die Normtemperatur $T_n = 273,15$ K zu beziehen, weil sie dann eindeutig sind. Allerdings ist oft der Reduktionsfaktor von Zimmertemperatur auf Normtemperatur $293/27 = 1,07$ bzw. das Reziproke 0,93 bedeutungslos, weil die Größen p und V , vor allem p , mit einer Messunsicherheit größer als 7 % behaftet sind. Die Gl. 1 und 2 lauten dann

$$\tilde{b}_n = \frac{(pV)_n}{A} = \tilde{n}kT_n \quad (3)$$

und

$$\tilde{\mu}_n = \tilde{n}kT_n A_m \quad (4)$$

Mit $\tilde{n}_{\text{mono}} \approx 10^{15} \text{ cm}^{-2}$, und $A_m = 10^6 \text{ m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ erhält man die Werte

$$\tilde{b}_{n,\text{mono}} \approx 38 \text{ Pa} \cdot \text{L} \cdot \text{m}^{-2} \quad \tilde{\mu}_{n,\text{mono}} \approx 3,8 \cdot 10^7 \text{ Pa} \cdot \text{L} \cdot \text{kg}^{-1}$$

Bei tiefen Temperaturen ist die Wahrscheinlichkeit, dass ein auf der Oberfläche gebundenes Gasatom wieder in den Gasraum hinein desorbiert, kleiner als bei hohen Temperaturen. Die Gasaufnahmefähigkeit ist deshalb bei tiefen Temperaturen höher als bei hohen Temperaturen. Bringt man den mit dem Rezipientenvolumen in Verbindung stehenden Adsorptionsfestkörper auf tiefe Temperatur, so bindet er mehr Gas als bei Normaltemperatur, wodurch die Wirkung der Adsorptionspumpe erhöht wird. Nach Beendigung des Adsorptionsvorganges wird ein Ventil zwischen Adsorptionspumpe und Rezipient geschlossen. Beim Erwärmen des Adsorbens (in der Regel genügt Erwärmung bis Zimmertemperatur) entweicht das vorher bei tiefer Temperatur gebundene Gas über ein Entlüftungsventil (Sicherheitsventil 3 in Abb. 1).

Beispiel 1

Berechne den Druck p in der nach einem Auspumpvorgang abgesperrten, wieder auf Raumtemperatur befindlichen Adsorptionspumpe. Der ausgepumpte Behälter mit einem Volumen $V_1 = 30 \text{ L}$ sei von Atmosphärendruck p_1 auf den Druck $p_2 = 1 \text{ kPa}$ (10 mbar) ausgepumpt worden. Die Adsorptionspumpe habe ein Eigenvolumen $V_2 = 1 \text{ L}$, wovon das Adsorbens etwa die Hälfte einnehme.

Es gilt bei Raumtemperatur das Boyle-Mariotsche Gesetz $pV = \text{const.}$

$$p_1(V_1 + V_2/2) = p_2V_1 + pV_2/2$$

$$p = \frac{p_1(V_1 + V_2/2) - p_2V_1}{V_2/2} = 6,04 \cdot 10^6 \text{ Pa (60,4 bar)}$$

2.2 Aufbau

Eine Adsorptionspumpe (Abb. 1) besteht im Wesentlichen aus einem vakuumdichten Behälter, der mit einem Adsorptionsmittel (Adsorbens) gefüllt ist. In die Verbindungsleitung zum Rezipienten wird ein Absperrventil eingebaut. Im Allgemeinen wird in käuflichen Adsorptionspumpen nur synthetisch hergestelltes Zeolith verwendet. Zeolithe sind M-Aluminumsilikate, wobei M Natrium, Calcium oder Lithium bedeuten kann. Sie werden in großen Mengen synthetisch hergestellt und dienen als Molekularsiebe zur Trennung von Stoffgemischen, wobei man die unterschiedliche Adsorption für die Bestandteile der Gemische benutzt. Abb. 2 zeigt das Strukturmodell eines Zeolithkristalls mit den „Käfigen“ und Poren für die Gasadsorption. *Die Benutzung von Aktivkohle ist gefährlich, weil sie bei plötzlichem Lufteinbruch durch die frei werdende Adsorptionswärme so stark aufgeheizt werden kann, dass sie mit dem Luftsauerstoff explosionsartig reagiert.*

Abb. 1 Schema einer Adsorptionspumpe:
 1 Pumpengefäß aus Edelstahl;
 2 Anschlussflansch („Saugstutzen“);
 3 Sicherheitsstopfen;
 4 Kühlmitteleingang;
 5 Kühlmittelausgang;
 6 Kühlslange; 7 Siebrohr;
 8 Adsorptionsmittel (z. B. Zeolith);
 9 Kühlmittelbehälter. Die Pfeile zeigen den durch Adsorption gepumpten Gasstrom an:

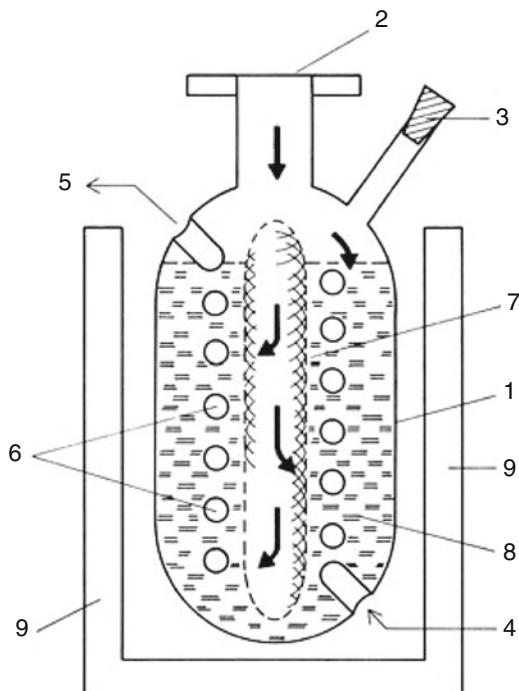
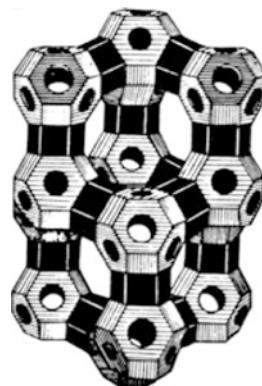


Abb. 2 Modell der Molekularsiebstruktur des x-Typs [1]



Zum Abkühlen des Adsorbens wird der Behälter in ein Dewargefäß mit Flüssigstickstoff getautcht. Wenn nach dem Auspumpen und Schließen des Ventils das Adsorbens nicht weiter gekühlt wird, muss das frei werdende Gas durch ein automatisches Entlüftungsventil entweichen können. In seiner einfachsten Ausführung besteht dieses aus einem Gummistopfen in einem Rohr (Abb. 1).

Um die Wirkung des Adsorbens optimal auszunutzen, sind einige weitere technische Verbesserungen nötig. Zum schnellen Abkühlen und Abführen der frei werdenen Adsorptionswärme während des Pumpvorgangs muss das Adsorbens überall gleichmäßig gut gekühlt werden [2]. Wegen des geringen Wärmeleitvermögens üblicher Adsorptionsmittel wird dazu im Pumpenkörper ein System von Kühlrohren oder -blechen angeordnet, die die Wärmetransportwege verkürzen. Weiter muss man für gleichmäßige Verteilung der Gasbeladung auf das ganze Adsorbens sorgen [3]. Dazu dienen Strömungskanäle aus Drahtnetz, die die Fläche der unmittelbaren Berührung zwischen Gas und Adsorbens vergrößern und die Strömungswege durch das dichtgepackte Adsorbens verkürzen (Abb. 1). Zum Regenerieren des Adsorbens dient eine Heizvorrichtung, z. B. eine elektrisch beheizte Manschette, die außen um den Pumpenkörper gespannt wird und das Adsorbens auf 250 °C–350 °C erwärmt.

2.3 Endvakuum und Saugvermögen

2.3.1 Enddruck mit einer Adsorptionspumpe

Adsorptionsisothermen eines Molekularsiebes für Stickstoff und Neon zeigt Abb. 3. Adsorptionsisothermen für andere Gase wie Sauerstoff, CO oder auch Argon, sind ähnlich den Stickstoffisothermen. Die leichten Edelgase Helium und Neon werden wesentlich schlechter, Wasserstoff wird nicht adsorbiert. Wie man durch Vergleich von Abb. 3 mit Abb. 7 in ► Kap. 11, „Sorption und Diffusion“ feststellt, gehorcht die Adsorption etwa einer Langmuir-Adsorptionsisotherme (► Abschn. 2.4 in Kap. 11, „Sorption und Diffusion“). Man kann die Adsorptionsisothermen vereinfacht durch die in Abb. 3 gestrichelten Kurven beschreiben. Diese vereinfachten Adsorptionsisothermen liefern eine grobe Näherung. Die nachfolgenden Rechnungen werden

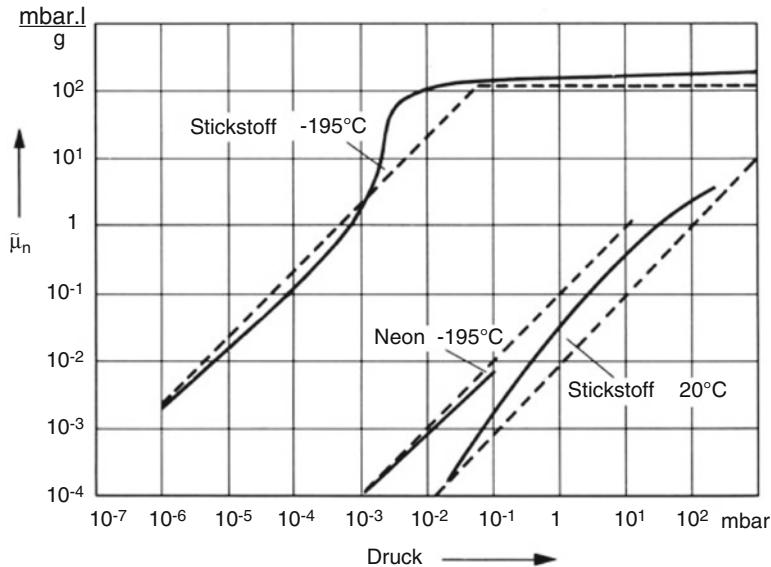


Abb. 3 Adsorptionsisothermen des Molekularsiebs 5A für Stickstoff und Neon [4, 5]. $\tilde{\mu}_n = (pV)_n/m$ = massenbezogene adsorbierte (pV)-Menge, reduziert auf Normtemperatur $T_n = 273,15$ K

durch sie stark vereinfacht, wobei allerdings die berechneten Drücke im Bereich $p > 0,1$ Pa (10^{-3} mbar) im Allgemeinen etwas größer sind als die wirklich erreichten Drücke. Im Bereich $p < 0,1$ Pa (10^{-3} mbar) beschreiben die vereinfachten Adsorptionsisothermen den Adsorptionsverlauf oft nicht mehr richtig, da bei diesen Drücken schon kleinste Verunreinigungen stören. Für hochgereinigte Adsorbentien scheinen die vereinfachten Adsorptionsisothermen den Adsorptionsverlauf auch bei niedrigen Drücken im Großen und Ganzen richtig wiederzugeben.

Die in Abb. 3 gestrichelt eingezeichneten vereinfachten Adsorptionsisothermen (vgl. ► Abschn. 2.4 in Kap. 11, „Sorption und Diffusion“) lassen sich im ansteigenden Ast in der Form

$$\tilde{\mu}_n = A^* \cdot p \quad (5)$$

und im horizontalen Ast in der Form

$$\tilde{\mu}_n = \tilde{\mu}_{n, \text{mono}} \quad (6)$$

darstellen, wenn wieder $\tilde{\mu}_n$ die massenbezogene adsorbierte pV -Menge bei Normtemperatur $T_n = 273,15$ K darstellt (Gl. 4).

Es ist für Stickstoff $A_{78\text{K}}^* \approx 2 \cdot 10^6 \text{ L} \cdot \text{kg}^{-1}$, für Neon $A_{78\text{K}}^* \approx 100 \text{ L} \cdot \text{kg}^{-1}$. Für Stickstoff und 20 °C ergeben die Messungen $A_{78\text{K}}^* \approx 10 \text{ L} \cdot \text{kg}^{-1}$.

Ist die in der Adsorptionspumpe enthaltene Masse des Adsorptionsmittels m , das Volumen von Rezipient und Adsorptionspumpe V , der Anfangsdruck des

Gases (Stickstoff) p_1 , die Temperatur des Adsorbens vor der Abkühlung T_1 , nach dessen Abkühlung T_2 , sowie $V_0 = VT_n/T_1$, gilt für den Enddruck p_2 (ohne Herleitung).

$$p_2 \approx p_1 \frac{\frac{V_0}{m} + A_{T_1}^*}{A_{T_2}^*} \quad (7)$$

Gl. 7 gilt nur so lange, wie die Adsorptionsisotherme durch Gl. 5 darstellbar ist, im Falle von Stickstoff bei der Adsorbenstemperatur $T = 78$ K also für $p_2 < 7$ Pa ($7 \cdot 10^{-2}$ mbar). Im Bereich der Sättigung (Monobelegung) gilt Gl. 6 und anstelle von Gl. 7 tritt

$$p_2 = p_1 \frac{\frac{V_0}{m} + A_{T_1}^* - \frac{\tilde{\mu}_{n, \text{mono}}}{p_1}}{\frac{V_0}{m}} \quad (8)$$

Wird die Adsorptionspumpe n -mal hintereinander ohne Zwischenerwärmung, d. h. ohne Desorption des bereits adsorbierten Gases, benutzt, so muss bei den weiteren Pumpvorgängen die bei den vorigen Pumpvorgängen adsorbierte Gasmenge in Rechnung gestellt werden und es gilt

$$(p_2)_n \approx p_1 \frac{n \frac{V_0}{m} + A_{T_1}^*}{A_{T_2}^*} \quad (9)$$

Beispiel 2

In vielen Fällen werden in der Praxis 50 g Adsorbens je Liter Rezipientenvolumen verwendet, d. h. unter Vernachlässigung des Pumpenvolumens $V/m = 20$ L/kg und $(V/m)(T_n/T_1) = 18,6$ L/kg bei 20 °C. Beim Anfangsdruck $p_1 = 100$ kPa wird dann für Stickstoff nach Gl. 7 und mit den aus Abb. 3 erhaltenen Werten (s. o.)

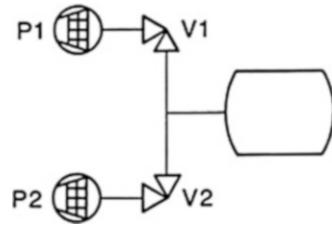
$$p_2 = 100 \text{ kPa} \cdot \frac{18,6 \text{ L/kg} \cdot 10 \text{ L/kg}}{18,6 \text{ L/kg} \cdot 2 \cdot 10^6 \text{ L/kg}} = 1,43 \text{ Pa}$$

Dieser Wert ist kleiner als 7 Pa, so dass die Anwendung von Gl. 7 nachträglich ihre Rechtfertigung findet.

2.3.2 Enddruck mit zwei oder mehr Adsorptionspumpen

Zur Erniedrigung des Enddrucks kann man nach Gl. 7 bis 9 die Masse des Adsorbens vergrößern, z. B. dadurch, dass man zwei Adsorptionspumpen verwendet (Abb. 4).

Abb. 4 Evakuieren mit zwei Adsorptionspumpen



Ein sinnvolles Abpumpen zugunsten eines niedrigen Drucks wird folgendermaßen ausgeführt: Beide Ventile V1 und V2 sind offen. Zunächst wird nur Adsorptionspumpe P1 gekühlt. Wenn der Druck p_2 nicht weiter abfällt, wird das Ventil V1 geschlossen und die Adsorptionspumpe P2 gekühlt. p_2 ist gegeben durch

$$p_2 \approx p_1 \frac{\frac{V_0}{m_1 + m_2} + A_{T_1}^*}{\frac{m_1}{m_1 + m_2} A_{T_2}^*} \quad (10)$$

Da hier die Pumpe 2 zunächst von Pumpe 1 evakuiert wird, werden mit dieser Methode wesentlich geringere Enddrücke erreicht, als wenn beide Pumpen gleichzeitig gekühlt werden und eines der Ventile oder beide Ventile geöffnet sind. Der erreichbare Enddruck wird analog zu Gl. 7

$$p_3 = p_2 \frac{\frac{V_0}{m_2} + A_{T_1}^*}{\frac{V_0}{m_2} + A_{T_2}^*} \quad (11)$$

Beispiel 3

Wir betrachten der Einfachheit halber zwei gleiche Adsorptionspumpen mit $V/m_1 = V/m_2 = 20 \text{ L/kg}$ und $p_1 = 100 \text{ kPa}$ bei 20°C . Dann wird der Enddruck nach Kühlung von P1

$$p_2 = 100 \text{ kPa} \frac{\frac{1}{2} \cdot 18,6 \text{ Lkg}^{-1} + 10 \text{ Lkg}^{-1}}{\frac{1}{2} \cdot 2 \cdot 10^6 \text{ Lkg}^{-1}} = 1,93 \text{ Pa.}$$

Wird nunmehr Adsorptionspumpe 1 abgetrennt und Adsorptionspumpe 2 gekühlt, so ist der sich dann einstellende Enddruck nach Gl. 10

$$p_3 = 1,93 \text{ Pa} \frac{18,6 \text{ L/kg} + 10 \text{ L/kg}}{2 \cdot 10^6 \text{ L/kg}} = 2,8 \cdot 10^{-5} \text{ Pa}$$

Es ist jedoch leider nicht möglich, einen Rezipienten, der mit atmosphärischer Luft gefüllt ist, mit Adsorptionspumpen so weit zu evakuieren. Der Grund liegt zum einen im Neon- und Heliumgehalt der atmosphärischen Luft, deren Partialdrücke in der Atmosphäre etwa 1,9 Pa bzw. 0,53 Pa betragen, zum anderen machen sich bei sehr niedrigen Drücken auch kleinste Verunreinigungen des Adsorbens bemerkbar.

Eine sinnvolle Möglichkeit zum Edelgaspumpen ist folgende: Die beiden Pumpen P1 und P2 werden bei geschlossenen Ventilen V1 und V2 gleichzeitig abgekühlt. Hierauf wird V1 geöffnet. Dieses Verfahren hat den Vorteil, dass mit dem aus dem Rezipienten nach P1 fließenden Luftstrom auch das in der Luft enthaltene Neon und Helium in die Pumpe P1 transportiert wird. Um zu verhindern, dass die Edelgase in den Rezipienten zurückdiffundieren, ist es günstig, V1 schon bei etwas höherem Druck als dem Enddruck zu schließen und V2 zu öffnen.

2.4 Arbeits- und Betriebshinweise

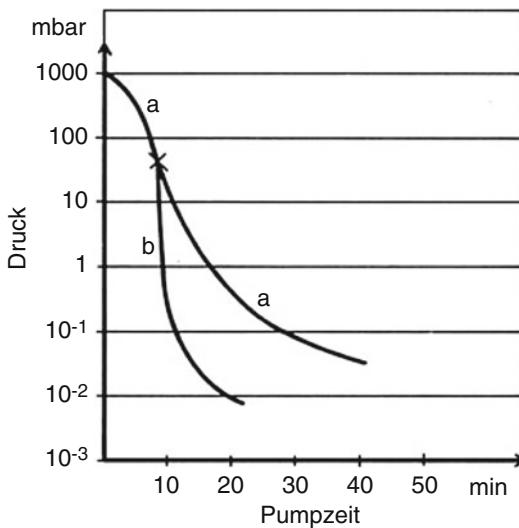
Zum Erreichen eines sehr niedrigen Drucks mit Adsorptionspumpen ist es auch günstig, den Rezipienten und die Adsorptionspumpe(n) zunächst mit einer Vorpumpe zu evakuieren. Wird der Totaldruck z. B. auf 100 Pa gesenkt, so sinkt der Neonpartialdruck im Rezipienten auf etwa $2 \cdot 10^{-3}$ Pa. Verwendet man bei einem vorevakuierten Rezipienten zwei Adsorptionspumpen; erreicht man in der Praxis Enddrücke in der Größenordnung von 10^{-3} Pa. Wird das Adsorbens während des Vorpumpens zur besseren Reinigung auf etwa 450°C erhitzt (s. u.), so können mit einer zweistufigen Adsorptionspumpe Drücke von 10^{-7} Pa erreicht werden [6].

Ein anderer Weg, den Edelgaspartialdruck im Rezipienten zu reduzieren, ist, den Rezipienten vor dem ersten Abpumpen mit einem gut adsorbierbaren Gas (z. B. Stickstoff) zu spülen bzw. zu füllen. Zum Erreichen sehr niedriger Drücke ist es auch hierbei nötig, das Adsorbens gut zu reinigen [6].

Das Saugvermögen einer Adsorptionspumpe hängt stark vom Druck und der Vorgesichte der Pumpe ab [7], weswegen kein konstanter Wert für das Saugvermögen angegeben werden kann. Die typische Pumpzeitkurve einer Adsorptionspumpe zeigt Abb. 5.

Das an dem Adsorbens adsorbierte Gas muss, sobald man in die Nähe der Sättigung kommt, wieder entfernt werden. Dieses Entgasen geschieht durch Erwärmen des Adsorbens [8]. Bei der Verwendung von Zeolithen genügt zum Entgasen normalerweise eine 15- bis 30-minütige Erwärmung auf Raumtemperatur. Adsorbiertes Wasser kann bei Raumtemperatur nicht entfernt werden (Tab. 1). Zum Entfernen von Wasserdampf wird Zeolith längere Zeit auf etwa 300°C erhitzt. Sollen sehr niedrige Drücke erreicht werden, pumpt man die frei werdenden Dämpfe mit einer trockenen Vorpumpe bei einem Druck von ungefähr 100 Pa bis 2 kPa ab.

Abb. 5 Druck p in Abhängigkeit von der Pumpzeit bei Adsorptionspumpen gemäß Anordnung in Abb. 4. Rezipient $V = 8 \text{ L}$. Füllung je Adsorptionspumpe $m = 400 \text{ g Linde}$ Molekularsieb. Kurve a: eine Pumpe allein, Kurve b: nach 8 min Wechsel von Pumpe 1 auf Pumpe 2



Tab. 1 Temperaturen der Desorptionsmaxima beim Erwärmen von Molekularsieben des Typs Linde 5A (Aluminium-Calcium-Silikat) und 13X (Aluminium-Natrium-Silikat). Aus [8]

Molekularsieb	5A	13X
Adsorbiertes Gas	Desorptionsmaximum bei	
O ₂	108 K	108 K
Ar	110 K	103 K
N ₂	145 K	137 K
CH ₄	151 K	137 K
CO	187 K	–
CO ₂	249 K	255 K–285 K
H ₂ O	410 K–430 K	400 K–425 K

3 Getter

3.1 Wirkungsweise und Getterarten

Die Wirkung der Getterstoffe beruht auf der Gasaufnahme durch

- Adsorption, d. h. durch Anlagerung der Gasmoleküle an die Oberfläche, oder
- durch Absorption, d. h. durch Lösen der Gasmoleküle im Feststoff, oder
- durch chemische Bindung.

Im Unterschied zur Adsorptionspumpe, bei der hauptsächlich physisorbiert wird, wird bei einer Getterpumpe hauptsächlich chemisorbiert (Definition siehe ► Kap. 11, „Sorption und Diffusion“). Der Vorgang der Chemisorption ist bei den

Temperaturen, denen die Pumpen ausgesetzt sind, im Gegensatz zur Physisorption irreversibel. Es ist nicht immer leicht zu entscheiden, ob Ad- oder Absorption vorherrscht. Man spricht daher verallgemeinernd von einem Sorptionsvorgang (vgl. ► Kap. 11, „Sorption und Diffusion“).

In vielen Fällen ist die Getterwirkung sowohl durch Adsorption als auch durch Absorption bedingt. Dabei werden die auftretenden Moleküle bzw. Atome zunächst durch Adsorption an der Oberfläche des Getterstoffes festgehalten. Hier bleiben sie jedoch nicht ortsfest gebunden, sondern gelangen durch Diffusion in den Festkörper, wo sie an den Korngrenzen, Zwischengitterplätzen und Fehlstellen im Kristallgitter festgehalten werden.

Bei der chemischen Bindung reagiert das gebundene Gas mit den Oberflächenatomen des Gettermaterials (chemische Adsorption), oder es findet eine chemische Reaktion mit allen oder einem Teil der Atomarten des Gettermaterials statt. Die Gasaufnahme durch Getterstoffe ist recht kompliziert, vielfältig und in manchen ihrer Erscheinungen keineswegs vollständig geklärt.

Die Komplikationen sind im Folgenden aufgelistet: Die Adsorptionsvorgänge sind stark von der jeweiligen Beschaffenheit der Oberfläche abhängig; große spezifische Oberflächen eines porösen Festkörpers binden in der Regel mehr Gas durch Adsorption als glatte Oberflächen. Oxidhäute, bereits adsorbierte Schichten sowie Fehlstellen im Gitter der Oberfläche beeinflussen die Adsorption mehr oder weniger stark. Oxidhäute können die Diffusion hemmen. Die Beschaffenheit einer Festkörperoberfläche hängt von ihrer Entstehung und ihrer Vorgesichte ab. Die Adsorptionseigenschaften sind für jedes Gas anders. Selbst bei demselben System Gas/Getterstoff können je nach Beschaffenheit der Oberfläche die Adsorptionseigenschaften sehr verschieden sein. Am schlechtesten werden die chemisch inaktiven Edelgase gebunden. Sie werden nur durch Physisorption aufgenommen.

Die Gasaufnahme durch Absorption und chemische Bindung wird neben der Adsorption durch Oberflächenschichten auch von der Temperatur beeinflusst. Eine Erhöhung der Temperatur steigert die Gasaufnahmefähigkeit. Vielfach wird jedoch oberhalb einer bestimmten Temperatur im Festkörper gelöstes, jedoch nicht fest gebundenes Gas wieder frei, das vorher bei niedriger Temperatur aufgenommen wurde.

Die Temperatur, bei der maximale Gasaufnahme stattfindet, hängt vom System Gas/Festkörper ab. So kann es z. B. vorkommen, dass ein Getterstoff bei einer bestimmten Temperatur für ein Gas seine maximale Gasaufnahmefähigkeit hat, während der gleiche Getterstoff für ein anderes Gas als Gasquelle wirkt. Durch die Verwendung von Mischgettern, bei denen der Getterstoff aus mehreren Bestandteilen zusammengesetzt ist, kann dieser Effekt oft vermieden werden. Das Mischgetter wird dann bei einer Temperatur betrieben, bei der die Gasaufnahme für alle Gase maximal ist.

Für die Getterwirksamkeit ist es immer günstig, in vielen Fällen sogar unerlässlich, wenn das Gettermaterial vor der ersten Gasaufnahme weitgehend frei von reversibel gelösten Gasen gemacht wurde. Getterstoffe, die längere Zeit bei höheren Drücken Gas durch Physisorption und Lösung im Festkörper aufgenommen haben, können bei niedrigeren Drücken als Gasquellen wirken und so den Enddruck eines Vakuumsystems begrenzen.

Aufgrund der unterschiedlichen Wirkungsweisen unterscheidet man zwischen Volumengetter und Verdampfungsgetter. Volumengetter bestehen aus einem massiven Gettermaterial, das – in Grenzen – regenerierbar ist. Es wird in der englischen Fachliteratur *non evaporable getter* genannt, kurz NEG (Abschn. 3.2). Es besteht, wie der englische Name sagt, aus nicht verdampfbaren Material.

Bei Verdampfungsgetttern (Abschn. 3.3) dagegen wird das Gettermaterial im Vakuum verdampft und als dünne und damit als sehr gasaufnahmefähige Schicht niedergeschlagen, die aber nicht regeneriert werden kann.

Beide Getterarten werden als Einzelement oder als komplette Getterpumpe angeboten.

3.2 NEG-Pumpen

3.2.1 Grundlagen der Volumengetter/NEG

Anforderungen an Volumengetter/NEG

Als Getterstoffe binden Volumengetter Gase durch chemische Reaktion. Sie müssen also chemisch gegenüber den typischerweise in Vakua auftretenden Restgasen (CO, CO₂, N₂, O₂, H₂O, H₂ ...) reaktiv sein, sich aber gleichzeitig beim Einbau auch möglichst einfach unter Umgebungsluft handhaben lassen.

Die erste Forderung wird insbesondere von Metallen erfüllt. So bestehen NEGs vor allem aus den reaktiven Metallen Titan, Zirkonium, Vanadium und Legierungen davon. Sie werden zu komprimiertem oder gesintertem Pulver geformt.

Die zweite Forderung wird durch eine Passivierung der Oberfläche durch einige Monolagen von Oxiden, Carbiden und Nitriden während des Herstellungsprozesses erreicht. Die Passivierung verhindert eine Reaktion mit den atmosphärischen Gasen und ermöglicht die Handhabung an Luft. Im Vakuum dann muss diese Passivierungsbeschicht entfernt werden, damit der Prozess der Chemisorption mit den Metalllegierungen in Gang kommen kann. Dies wird durch einen thermischen Prozeß, Aktivierung des NEG genannt, erreicht. Durch Erhitzung werden die chemischen Verbindungen der Oxide, Carbide und Nitride aufgebrochen und die Sauerstoff-, Kohlenstoff- und Stickstoffatome diffundieren in das Innere des Volumens [9, 10]. Die Diffusionskonstante hängt stark von der Legierung und der Mikrostruktur ab. So können sich Aktivierungstemperatur und Dauer stark von einer Legierung zur anderen unterscheiden.

Aktivierung von Volumengettern/NEG

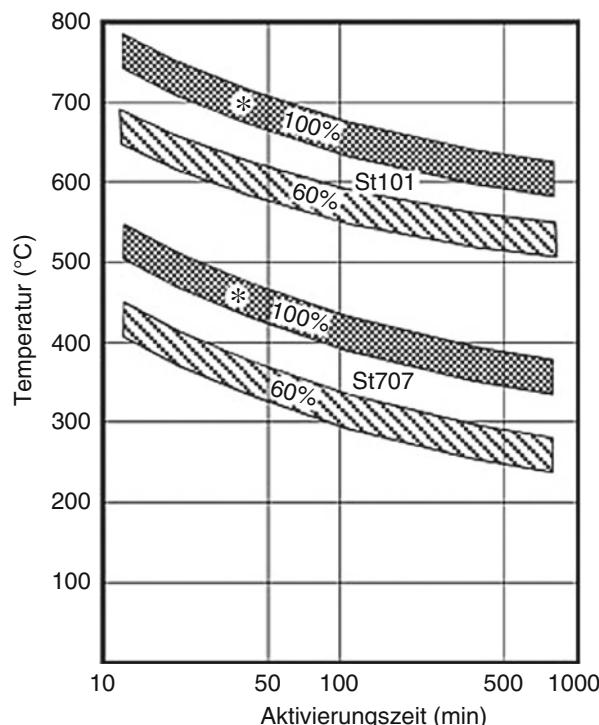
Da Getter über ihre Oberfläche Gase binden, muss diese möglichst groß sein. Nach dem Einbringen ins Vakuum ist diese Oberfläche, wie alle anderen Oberflächen auch, zuerst durch Ausheizen von physikalisch gebundenen Gasen zu reinigen.

Um dann wieder eine Reaktion des Gettermaterials mit Gasen zu ermöglichen, muss die passivierende Oxid-/Nitrid-/Carbidhaut aufgelöst werden. Man erreicht dies durch weiteres Erhitzen im Vakuum. Im Gegensatz zu physikalisch anhaftenden

Gasen, ist die chemische Bindung zwischen NEG und den Sauerstoff-, Kohlenstoff- und Stickstoffatomen zu stark; um sie durch Erhitzen wieder zu lösen. Selbst bei Temperaturen um 1000 K liegen daher die Gleichgewichtsdrücke von z. B. Sauerstoff und Stickstoff über den entsprechenden Verbindungen im Bereich von nur 10^{-15} Pa [11].

Durch die Erhöhung der Temperatur erreicht man aber eine Zunahme der Diffusionsgeschwindigkeit der Oxid- und Nitridionen im Getter. Die Ionen wandern, dem Konzentrationsgefälle folgend, ins Innere des Getters und die Oberfläche wird wieder metallisch und kann erneut Gase binden. Dieser Diffusionsmechanismus wurde durch Untersuchungen [9], bei denen die Oberflächenkonzentration von Sauerstoff und Kohlenstoff mit dem Aktivierungsprozess korreliert wurde, nachgewiesen. Welche Temperatur notwendig ist, um den Diffusionsprozess innerhalb der zur Verfügung stehenden Zeit ablaufen zu lassen, hängt vom eingesetzten Gettermaterial ab. Typische Ergebnisse von Aktivierungsprozessen sind in Abb. 6 für zwei Legierungen gezeigt. St 707[®] ist eine Zr-V-Fe Legierung, die bei 500 °C vollständig aktiviert werden kann, St 101[®] ist eine Zr-Al Verbindung, welche erst bei knapp 800 °C vollständig aktiviert wird. In beiden Fällen wird die Aktivierung durch die Diffusion von Kohlenstoff und Sauerstoff in das Volumen bewirkt, so dass metallisches Zirkonium freigelegt wird. Einige Kohlenstoffatome bilden jedoch im Falle des St 707[®] Karbide, die nicht weiter gelöst werden können.

Abb. 6 Aktivierungsdiagramm für die Zr-Legierungen St 101 und St 707 (siehe Text). *: übliche Aktivierungsbedingungen



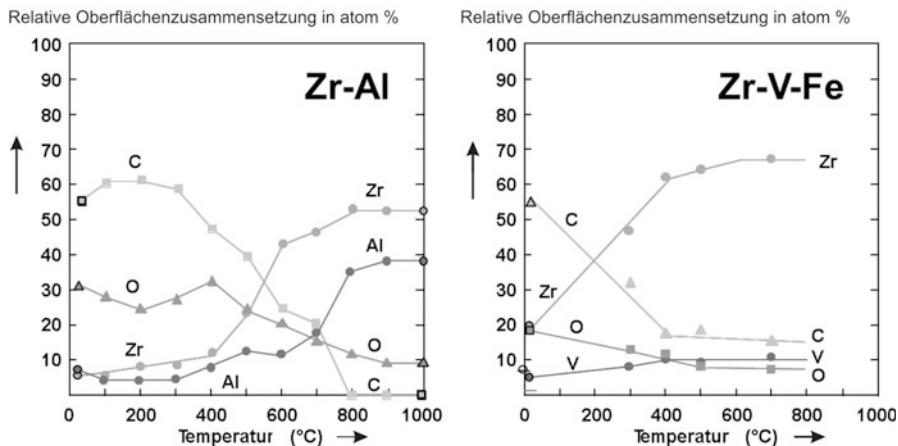


Abb. 7 XPS Messung der Zusammensetzung der Oberfläche von St 101[®] und St 707[®]; Legierungen als Funktion der Wärmebehandlung

Beim Aktivierungsprozess ist die Temperatur der dominierende Einflussfaktor. Da die Diffusionskonstante jedoch auch von der Wurzel aus der Zeit abhängt, kann man gegebenenfalls längere Aktivierungszeiten verwenden, wenn die Temperatur nicht über einen bestimmten Wert steigen darf. Der maximale Zeitrahmen ist in der Regel durch die Anwendung gegeben. Er kann von wenigen Sekunden (Lampenindustrie) bis zu einem Tag bei großen Vakuumkammern reichen.

In einigen Fällen kann es auch ausreichen, die Oberfläche des Getters nicht vollständig zu aktivieren, sondern nur zu einem Teil (Abb. 7). Die relative Aktivierungseffizienz ist direkt proportional zum relativen Saugvermögen, d. h. eine 60 %-ige Aktivierungseffizienz aktiviert ein Saugvermögen, welches 60 % vom maximalen Saugvermögen beträgt. Dieses reicht gegebenenfalls aus.

Auf NEG physisorbierte Gase verlassen die Oberfläche bei etwa 200 °C. Bei weiterer Temperaturerhöhung werden auch Wasserstoff und Methan frei. Wasserstoffatome sind im Volumen gelöst, diffundieren zur Oberfläche und rekombinieren dort mit einem weiteren Wasserstoffatom, um als Molekül die Oberfläche zu verlassen. Methan und auch andere Kohlenwasserstoffe können durch eine thermisch aktivierte Reaktion von Kohlenstoff und Wasserstoff auf der Oberfläche entstehen. Nach einer gewissen Temperungszeit nimmt die Desorptionsrate der physisorbierten Moleküle und das Methan stark ab. Wasserstoff ist das Hauptgas, welches bei einer Fortsetzung der Temperaturerhöhung, abgast. Obwohl während des Aktivierungsprozesses abgepumpt wird, sind Drücke um 1 mPa bis 10 mPa nicht ungewöhnlich, da viel Wasserstoff im Gettervolumen gespeichert sein kann.

Am Ende des Aktivierungsprozesses, wenn sich die NEG-pumpe abkühlt, wird der Wasserstoff wieder von der Oberfläche readsorbiert und gepumpt. Diese Vorgänge sind in Abb. 8 zu sehen. Die Ausgasung kann das umgebende Vakuumsystem durchaus belasten und kontaminiieren. Gegebenenfalls muss man die Temperaturrampe auf die verfügbaren Saugvermögen der angeschlossenen Pumpen abstimmen, damit die

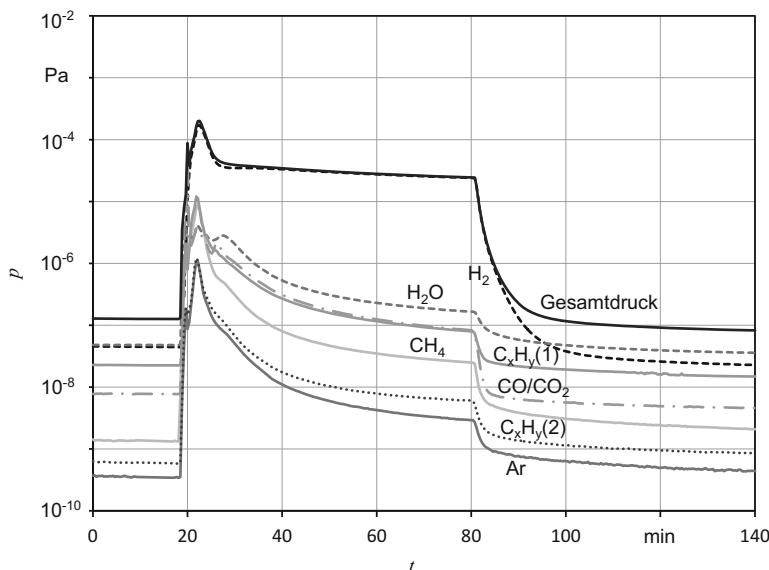


Abb. 8 Druckverlauf einer CapaciTorr D100 Pumpe während eines Aktivierungsprozesses bei 550 °C und 60 min, wenn diese mit 100 L/s (N_2) von einer anderen Pumpe evakuiert wird, gemessen mit einem Quadrupolmassenspektrometer und einem Ionisationsvakuummeter (Gesamtdruck). Mit freundlicher Genehmigung der SAES Getters S.p.A

Kontamination nicht zu groß wird. Dazu kann vor der Aktivierung ein vorausgehender Konditionierungsprozess bei 200 °C durchgeführt werden, um zunächst die physisorbierten Moleküle zu desorbieren. Erst danach wird der Aktivierungsprozess begonnen, was den Gesamtprozess erheblich verlängern kann. Zur Abhilfe sollte auch die Masse der NEG-Pumpe entsprechend dimensioniert werden. Auch Legierungen mit einer niedrigen Wasserstoffisotherme können verwendet werden.

Bindung verschiedener Gasarten durch Volumengetter/NEG

Die im Vakuum in der Regel in verschiedenen Anteilen auftretenden Gasarten kann man in Bezug auf die Sorption durch Volumengetter in verschiedene Gruppen teilen:

- Chemisch aktive Gase, die mit dem Getter an seiner Oberfläche reagieren.
Hierzu zählen CO, CO_2 , O_2 und N_2 . Diese Gase werden in mehreren Schritten an der Oberfläche gebunden und dissoziieren dabei. Dieser Prozess läuft auch bei Raumtemperatur und darunter ab, aber erst bei hoher Temperatur diffundieren dann die entstandenen Ionen (Carbide, Oxide und Nitride) von der Oberfläche in den Getterkörper. Die Bindung ist irreversibel. Gleichermaßen gilt für H_2O , das an der Oberfläche dissoziert und dann als O und H gebunden wird.
- Chemisch aktive Gase, die sich physikalisch im gesamten Volumengetter lösen.
Hierunter fallen der Wasserstoff und seine Isotope (Deuterium und Tritium). Wasserstoff wird an der metallisch aktiven Oberfläche des Getters dissoziert

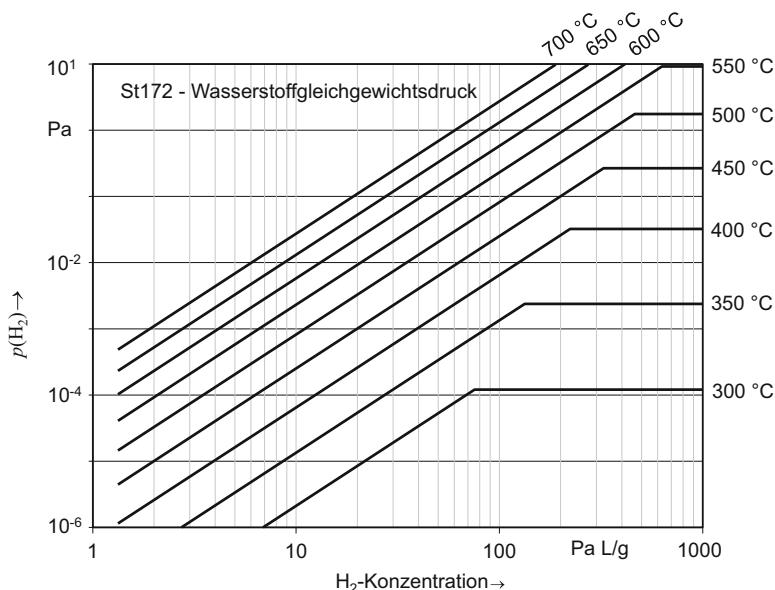


Abb. 9 Verhalten einer Zr-Legierung (Beispiel St 172) gegenüber Wasserstoff bei verschiedenen Temperaturen, im ansteigenden Ast entsprechend dem Sievert'schen Gesetz. Im flachen Teil wird Hydrid gebildet

Tab. 2 Beispiele für die Konstanten A und B in Gl. 12 für drei verschiedene Gettermaterialien mit den gleichen Aktivierungstemperatur. p_H muss in Torr, q_H in Torr L/s, T in K angegeben sein.

Gettermaterial	St 707®	St 172	ZAO®1
Chemische Zusammensetzung	Zr-V-Fe	St 707® + Zr	Zr-V-Ti-Al
A	4,8	4,45	3,64
B in K	6116	5730	7290

und diffundiert wegen seiner geringen Größe auch bei Raumtemperatur und darunter sehr schnell in das gesamte Volumen des Getters ein. Die Menge an Wasserstoff im Volumengetter steht mit dem Außenpartialdruck des Wasserstoffs in einem temperaturabhängigen Gleichgewicht. Die Bindung ist also reversibel. Das Gleichgewicht wird durch das so genannte Sievertsche Gesetz beschrieben (Abb. 9):

$$\log p_H = A + 2 \log q_H - \frac{B}{T} \quad (12)$$

p_H : Wasserstoffdruck; A, B : konstante Parameter; q_H : Menge an Wasserstoff im Getter. Tab. 2 gibt für 3 Gettermaterialien die Konstanten A und B in Gl. 12 an. Erst bei hohen Konzentrationen von Wasserstoff im Getter (ca. 26 hPa · L/g) beginnt die Bildung von Metallhydiden. Diese geht mit einer Versprödung des Gettermaterials einher.

- c. Chemisch passive Gase, die mit dem Getter nur bei hoher Temperatur oder gar nicht reagieren.

Kohlenwasserstoffe sind gegenüber NEG-Materialien relativ wenig reaktiv, das gilt insbesondere für Methan, CH₄. Gebunden werden sie bei höheren Temperaturen, wenn die Bindungen zwischen dem Kohlenstoff und Wasserstoff an heißen Oberflächen aufgespalten (gecrackt) werden können. Die Bindung erfolgt dann als H₂ bzw. als Carbid. Längerkettige Kohlenwasserstoffe werden an der Gettoberfläche auch physisorbiert. Edelgase werden, da sie chemisch inert sind, von Gettern nicht sorbiert. Dieses Verhalten kann zur Reinigung von Edelgasen mit Hilfe von Gettern genutzt werden.

Zum Pumpen im Hoch- und Ultrahochvakuum werden Gettermaterialien mit niedrigem Wasserstoffgleichgewichtsdruck bevorzugt. Diese weisen eine kleinere Ausgasungsrate während des Ausheizens aus und haben eine größere Speicherkapazität bei der gleichen Temperatur als solche mit höherem Wasserstoffgleichgewichtsdruck. Die Aufnahme von Wasserstoff ist ein reversibler Prozess, solange das Sievert'sche Gesetz Gültigkeit hat. Das Gettermaterial dient als Wasserstoffspeicherung. Sobald eine große Menge Wasserstoff absorbiert wurde, kann diese auch wieder bei höherer Temperatur abgegeben und abgepumpt werden. Nach einem solchen Regenerationsprozess kann das Gettermaterial wieder als speichernde Pumpe verwendet werden.

Die Zeit t , die benötigt wird, um die gespeicherte Wasserstoffmenge vom Anfangswert μ_i auf den Wert μ_f zu reduzieren, hängt von der Temperatur T ab:

$$t = \frac{M}{S} \left(\frac{1}{\mu_f} - \frac{1}{\mu_i} \right) 10^{-(A-B/T)} \quad (13)$$

Dabei ist M die Masse des Gettermaterials in g und S das Saugvermögen der abpumpenden Pumpe in L/s; μ ist in Torr L/g anzugeben.

Beispiel 4

Berechne die Regenerierungszeit für 45 g des NEG ST172, um den Gehalt von $\mu_i = 8$ Torr L/g auf $\mu_f = 1$ Torr L/g zu reduzieren. Die Regenerationstemperatur betrage 500 °C, es stehe eine Turbomolekularpumpe mit 50 L/s effektivem Saugvermögen in der Nähe der NEG-Pumpe zur Verfügung.

Wir erhalten A und B aus Tab. 2.

$$t = \frac{45}{50} \left(\frac{1}{1} - \frac{1}{8} \right) 10^{-(4,45-5730/T)=720 \text{ s}}$$

Oberhalb einer bestimmten Löslichkeitsgrenze formiert weiter hinzukommender Wasserstoff Metallhydrid. Es entsteht ein Zweiphasensystem. Der gelöste Wasserstoff ist im Gleichgewicht mit dem Metallhydrid. Das Sievert'sche Gesetz gilt nicht

mehr. Der Punkt, bei dem sich Metallhydride bilden, hängt von der Legierung und der Temperatur ab. Dies zeigt Abb. 9. Solange der Gleichgewichtsdruck mit der Konzentration ansteigt, gilt das Sievert'sche Gesetz. Im flachen Teil befinden sich Metallhydride. Je geringer die Temperatur, desto größer ist der Anteil des Wasserstoffs in den Metallhydriden gegenüber dem gelösten Anteil in der Legierung. Der flache Teil, in dem der Gleichgewichtsdruck unabhängig von der Konzentration wird, kann genutzt werden, um in einem System einen konstanten Wasserstoffdruck einzustellen.

Wenn im flachen Teil weiterer Wasserstoff absorbiert wird, führt dies zu einer Änderung des Gitterparameters und mechanischen Spannungen. Wenn diese zunehmen, bilden sich Risse und die Festigkeit des Gettermaterials geht verloren. Für die Gettermaterialien St 707[®] und St 172 liegt diese Versprödungsgrenze bei 25 hPa L/g. Wenn man die Pumpe regenerieren möchte, sollte man nicht an diese Speichergrenze gehen, sondern bei 15 hPa L/g innthalten, denn auch die wechselnden thermischen Belastungen erzeugen mechanische Spannungen. Es sind auch Gettermaterialien entwickelt worden, deren Versprödungsgrenze um einiges höher liegt (siehe Abschn. 3.2.6).

Zusammensetzung der Volumengetter/NEG

Als Gettermaterial kommen entsprechend der oben geforderten Eigenschaften mehrere reine Metalle, insbesondere die Elemente der IV. Nebengruppe des Periodensystems (Titan, Zirconium, Hafnium), aber auch Tantal, Niob und Thorium in Betracht. In der Praxis werden neben Titan meist speziell entwickelte Legierungen des Zirconiums verwendet.

Dies sind Legierungen der Zusammensetzung Zr 84 %–Al 16 % (Handelsname St 101) und Zr 70 % V 24,6 %–Fe 5,4 % (Handelsname St707). Sie haben gegenüber den reinen Metallen den Vorteil einer höheren Sorptionsfähigkeit und niedrigeren Aktivierungstemperatur ϑ_a (Abb. 6 und 10): Tantal $\vartheta_a = 2000\text{ }^\circ\text{C}$; Zirconium $\vartheta_a = 1000\text{ }^\circ\text{C}$; St101 $\vartheta_a = 750\text{ }^\circ\text{C}$; St707 $\vartheta_a = 450\text{ }^\circ\text{C}$. St 172 ist eine Mischung von St 707[®] und Zr Pulver. Es ist ebenfalls bei gemäßigten Temperaturen ($400\text{ }^\circ\text{C}$ – $500\text{ }^\circ\text{C}$) aktivierbar. Eine neuere Entwicklung ist die Zr-basierte Legierung ZAO[®] 1 (Zr –V-Ti), welche sich durch eine höhere Gaskapazität für aktive Gase und Wasserstoff, einer relativ geringen Desorptionsrate während der Aktivierung und vernachlässigbarer Partikelerzeugung (siehe Abschn. 3.2.6) auszeichnet. ZAO[®] 1 kann sowohl im Hochvakuum wie im UHV verwendet werden.

Formen der Volumengetter/NEG

Getterlegierungen werden durch einen Prozess hergestellt, bei dem die reaktiven Metalle unter Vakuum geschmolzen werden. Die Barren werden zerkleinert und gemahlen, bis eine Korngröße im Bereich zwischen 50 µm und 150 µm entsteht. Auch kleinere und größere Körner werden verwendet, um bestimmte mechanische Eigenschaften und Sorptionseigenschaften zu erreichen. Das entstandene Pulver weiter verarbeitet. Im Handel erhältliche Produkte sind:

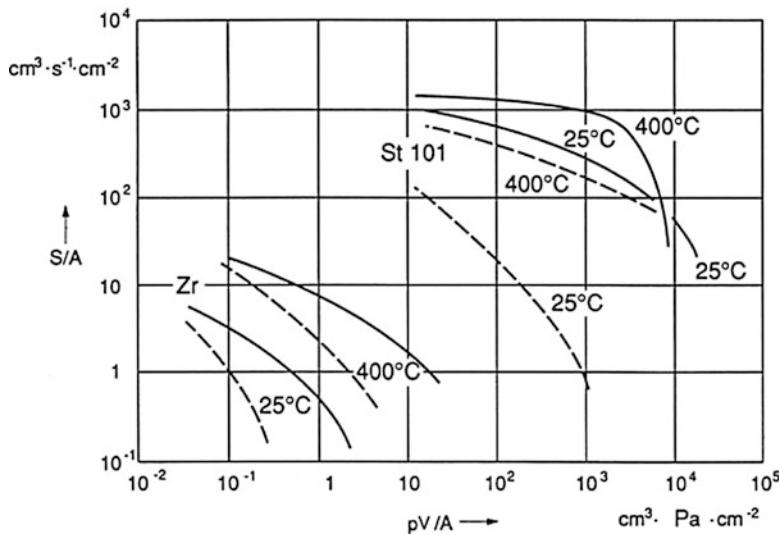


Abb. 10 Flächenbezogenes Saugvermögen S/A der Zirconiumlegierung St101 und von nicht legiertem Zr bei verschiedenen Gettertemperaturen für CO (---) und H₂ (—) in Abhängigkeit von der bereits sorbierten flächenbezogenen Gasmenge pV/A . Mit freundlicher Genehmigung der SAES Getters S.p.A

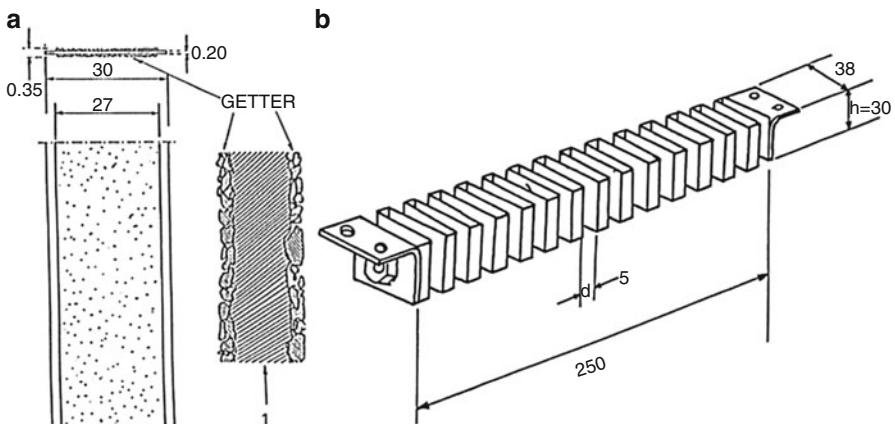


Abb. 11 Streifengetter. **a** Standardstreifengetter 30D, Abmessungen in mm [12]; **b** meanderförmig gefalteter Streifen mit Halterung (Gettermodul). Mit freundlicher Genehmigung der SAES Getters S.p.A

- Getterstreifen (Abb. 11)

Bei diesen wird das Gettermaterial mit hohem Anpressdruck ein- oder beidseitig auf ein Trägerband aufgewalzt. Es handelt sich dabei um vernickeltes Eisenblech oder Konstantan (amagnetisch). Die Schichtdicke des Getters beträgt etwa 100 µm.

- Getterpillen
Ist das Gettermaterial nicht zu spröde, kann es zu Pillen gepresst werden.
- Getterringe
Gettermaterial wird in Metallringe mit U-förmigem Querschnitt eingepresst. Die Ringform ermöglicht ein Aktivieren durch Erhitzen mittels Hochfrequenzeinkopplung.

Das Pulver kann auch auf geeignete flexible Materialien laminiert werden.
Die Technologie des Pressens und Laminierens hat allerdings zwei Nachteile:

1. Die dem Vakuum ausgesetzte Fläche und die Zahl der offenen Poren werden reduziert.
2. Es entstehen Staubpartikel.

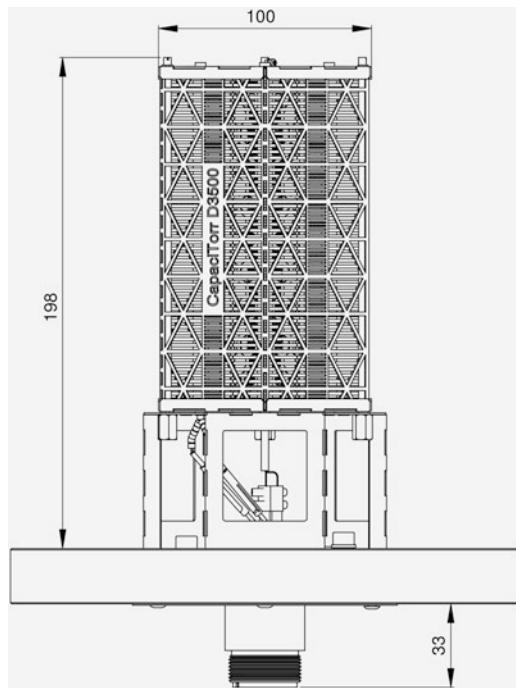
Um diese Nachteile zu beseitigen, wurde in den 1980er-Jahren das Vakumsintern für NEGs entwickelt. Durch Mischen der Getterlegierung mit geeigneten Metallpulvern entstehen sinterfähige Mischungen, die im Vakuum in Formen zu hochporösen (bis 50 Vol %), selbsttragenden Sinterkörpern gesintert werden. Beim Sinterprozess werden benachbarte Körner an ihren Oberflächen zusammenge schmolzen. Sie bilden ein dreidimensionales Netzwerk, welches kaum Staub erzeugt. Der Prozess wird hinsichtlich der Bildung einer großen Oberfläche, hinreichend vieler Poren und geringer Partikelerzeugung optimiert. Handelsüblich sind gesinterte Getter z. B. aus Zirconium (St 171[®]), aus Zirconium und St 707 (St 172), sowie Titan mit St 101[®] (St 121) oder mit St 707[®] (St 122). Um diese montieren zu können, werden Getter auf Metallfolien aufgesintert, oder es werden Träger bzw. Heizer in das Material eingesintert.

3.2.2 Aufbau von NEG-Pumpen

Als NEG-Pumpen bezeichnet man einbaufertige Kombinationen aus Getter und Widerstandsheizer zur Aktivierung. In der Regel ist der Heizer zentral auf einen mit Durchführungen versehenen CF-Flansch montiert, der mit auswechselbaren Getterkartuschen bestückt wird. Für die Getterkartuschen werden entweder aufgefaltete Getterstreifen oder gesinterte Getterscheiben verwendet (Abb. 12). In beiden Fällen ist die Konstruktion der Kartuschen auf einen optimalen Zugang der zu bindenden Gase zur Oberfläche des Getters ausgelegt. Die Getterstreifen z. B. sind dabei ähnlich wie bei einem Automobil-Luftfilter ziehharmonikaartig aufgefaltet und dann ringförmig in der Kartusche angeordnet. Die Getterkartusche ist zylindrisch, mit einer zentralen Öffnung für den Heizstab.

Zur Aktivierung können spezielle Stromversorgungen eingesetzt werden (NEG-Pumpen-Kontrolleinheiten), die über ein Kabel mit Steckverbindungen mit der Pumpe verbunden werden. Größere Getterpumpen sind mit Thermofühlern ausgestattet, die eine automatische Regulierung der Temperatur des Gettermaterials durch die Kontrolleinheit ermöglichen. Bei der neuen Serie eines Herstellers (MK 5, Abb. 12 und Tab. 3) ist der Flansch nach Abziehen des Kabels bis 400 °C aus heizbar.

Abb. 12 Seitenansicht bzw. Teilschnitt einer Volumengetterpumpe (Typ CapaciTorr 3500-D500-4). Dimensionsangaben in mm. Mit freundlicher Genehmigung der SAES Getters
S.p.A. 1 Getterkartusche;
2 Heizer; 3 Thermoelement;
4 Basisflansch (CF);
5 Elektrischer Anschluss für Heizer und Thermoelement



Tab. 3 Nennsaugvermögen S_n von Volumengetterpumpen (SAES Getters) der in Abb. 12 angegebenen Bauart, bei freiem Einbau ins Vakuumsystem, Gettermaterial St172. Abhängig von der Kartuschenlänge können noch mehr nominale Saugvermögen angeboten werden.

Baugröße	CF35	CF63	CF100	CF150
S_n für H ₂ in L/s	50/100/200/400	1000	1000/2000	2000/3600
S_n für CO in L/s	25/50/100/200	500	500/1000	1000/1800

NEG-Materialien können auch direkt auf das Innere von Vakuumwänden durch Beschichtung aufgebracht werden [12]. Die Anwendung dieser beim CERN entwickelten und patentierten Technik hat den großen Vorteil, dass sich die Wand von einer Ausgasungsquelle zu einer Pumpensenke wandelt. Besonders wichtig ist dies bei Bauteilen, die einen geometriebedingt kleinen Leitwert (z. B. „insertion devices“ in Beschleunigern) zu lokalen Pumpen haben. Die Beschichtung reduziert auch die Ausgasung und die Zahl der Sekundärelektronen, ausgelöst durch Photonen-, Elektronen-, und Ionbeschuss in Beschleunigern. Die Aktivierung des Getters erfolgt im Allgemeinen für 2 h bei 250 °C. Es ist jedoch auch möglich, dies gleichzeitig mit dem Ausheizen 180 °C/24 h auszuführen. Auch noch niedrigere Aktivierungstemperaturen, z. B. 160 °C für Aluminiumkammern, sind möglich. Die Dicken dieser NEG-Schichten, die durch Magnetron-Sputtern hergestellt werden [12], betragen nur etwa 1 µm. Dadurch ist die Zahl der möglichen Reaktivierungen N nach einer Belüftung sehr begrenzt und auch das Saugvermögen S sinkt sehr schnell mit der

Zahl der Belüftungen (Näherung: $S = S_0/N$, S_0 Saugvermögen nach der ersten Aktivierung). Diese Art der NEG-Pumpe durch Beschichtung ist somit UHV-Systemen vorbehalten, die kaum belüftet werden müssen.

3.2.3 Saugvermögen und Getterkapazität

Wie in Abschn. 3.2.1 beschrieben, muss ein Volumengetter zuerst im Vakuum bei hoher Temperatur aktiviert werden, bevor er seine Pumpwirkung zeigt.

Saugvermögen und Getterkapazität der Volumengetterpumpen werden in der Regel bei Raumtemperatur, einem Druck des zu bindenden Gases von einigen 10^{-4} Pa (10^{-6} mbar) und freiem Einbau der Pumpe in den Vakuumraum bestimmt (nach ASTM F798-82). Es werden dazu exemplarisch zwei Gase mit unterschiedlichem Bindungsverhalten benutzt: Wasserstoff und Kohlenmonoxid. Das Saugvermögen bzw. die Pumpgeschwindigkeit misst man in L/s, die Kapazität wird meist in Torr · L bzw. mbar · L angegeben (pV -Wert bei 23 °C, siehe Abschn. 3.2). Beim Wasserstoff, der in das Gettermaterial eindiffundiert, ist die Pumpgeschwindigkeit fast unabhängig von der bereits gebundenen Menge an Gas. Beim Kohlenmonoxid und den anderen an der Oberfläche des Getters gebundenen Gasen, nimmt die Pumpgeschwindigkeit mit der zunehmenden Belegung der Oberfläche durch die Reaktionsprodukte ab. Zur Charakterisierung eines Getters wird daher üblicherweise die Pumpgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der bereits sorbierten Gasmenge aufgetragen. Die Menge an Gas, die gebunden wurde, wenn die Pumpgeschwindigkeit auf etwa 10 % oder 20 % ihres Ausgangswerts abgesunken ist, bezeichnet man als Getterkapazität (Abb. 13). Ist diese erreicht, sollte die Pumpe regeneriert werden.

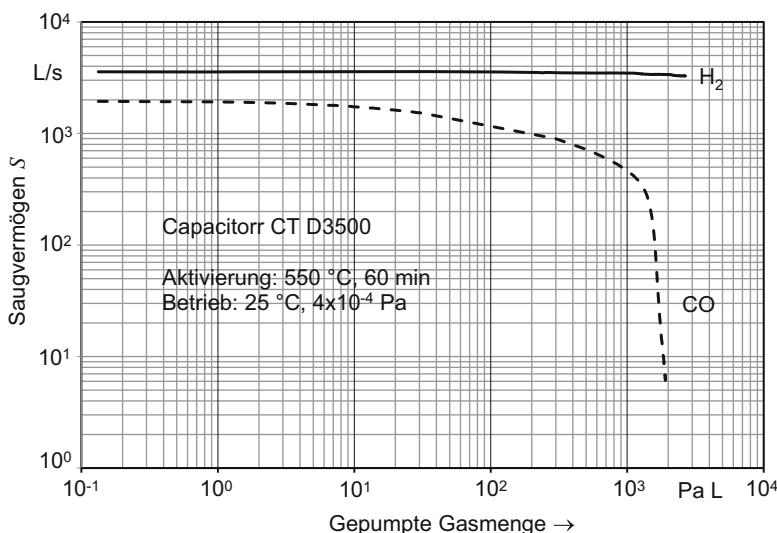


Abb. 13 Saugvermögen in Abhängigkeit von bereits gepumpten Gasmenge für die Capacitorr D 3500 NEG Pumpe. Mit freundlicher Genehmigung der SAES Getters S.p.A.

Beispiel 5

Schätzen die Zeit t_S , um die Getterpumpe nach Abb. 13 zu sättigen, wenn der Arbeitsdruck $2,6 \cdot 10^{-10}$ mbar beträgt, der jeweils hälftig aus H_2 und CO bestehen soll.

Die Pumpkapazität $(pV)_{\max}$ beträgt nach Abb. 13 für H_2 4600 mbar L und für CO 13 mbar L (bei 20 % des ursprünglichen Saugvermögens). Somit genügt es, nur das Pumpen von CO bis zur Sättigung abzuschätzen, auch wenn das Saugvermögen für H_2 größer ist.

Es ist

$$t_S = \frac{(pV)_{\max}}{pS}$$

Um eine Integration der Kurve in Abb. 13 zu vermeiden, wird das Saugvermögen für CO mit drei Werten als obere Schätzung abgeschätzt: $S(pV < 0,13 \text{ mbar L}) = 2000 \text{ L/s}$, $S(0,13 \text{ mbar L} < pV < 1,3 \text{ mbar L}) = 1600 \text{ L/s}$, $S(1,3 \text{ mbar L} < pV < 13 \text{ mbar L}) = 1000 \text{ L/s}$.

$$t_S = \left(\frac{0,13}{2000} + \frac{1,17}{1600} + \frac{11,7}{1000} \right) \cdot \frac{1}{1,3 \cdot 10^{-10}} \text{ s} = 9,6 \cdot 10^7 \text{ s} = 3,05 \text{ Jahre}$$

NEG Pumpen können mit sehr großen Saugvermögen gefertigt werden, indem die Elemente anwendungsspezifisch angeordnet werden [13, 14].

Eine Erhöhung der Temperatur wirkt sich auf alle Schritte der Gasbindung aus. Sie erleichtert die Dissoziation der Gasmoleküle, weswegen generell eine leichte Erhöhung der Pumpgeschwindigkeit bei höherer Temperatur erfolgt. Einen viel wichtigeren Einfluss hat die Temperatur aber auf die Getterkapazität. Dieser liegt in der beschleunigten Diffusion von gebundenen Gasatomen von der Oberfläche ins Innere des Getters begründet. Benötigt man zur 100-prozentigen, erstmaligen Aktivierung der St 707 Legierung 400 bis 450 °C, so reichen bereits ca. 280 °C aus, um beim Betrieb des Getters im Vakuum die Diffusion in Gang zu halten. Da damit die Getteroberfläche kontinuierlich aktiv gehalten wird, steigt die Getterkapazität für Gase, die nur an der Oberfläche chemisch gebunden werden, stark an (Abb. 10). Die Sorptionswirkung bleibt über längere Zeit erhalten, bis auch die tiefen Schichten mit Gasteilchen angereichert sind.

Für Wasserstoff, der ja schon bei niedrigen Temperaturen in das Gettermaterial diffundiert, steigt die Kapazität bei höherer Temperatur allerdings nicht an. Im Gegenteil, durch eine Erhöhung der Temperatur sinkt, entsprechend dem Sievertschen Gesetz (Gl. 10), die Wasserstoffkonzentration im Inneren des Getters, die einem bestimmten Gleichgewichtsdrucks des Wasserstoffs außerhalb entspricht.

Die Verminderung der Pumpgeschwindigkeit mit der bereits gepumpten Gasmenge kann, je nach Gasart, verschiedene Gründe haben:

1. Die Oberfläche des Getters ist zunehmend mit den Reaktionsprodukten zwischen Getter und absorbiertem Gas belegt, d. h. passiviert. Weitere chemisch aktive Gase können nicht an der Oberfläche reagieren. Auch der Zutritt von Wasserstoff, der sich dann im Inneren des Getters lösen würde, ist erschwert.

2. Die Oberfläche ist noch frei, aber die Konzentration an Wasserstoff im Getter ist bereits zu hoch (nah an der Gleichgewichtskonzentration).

Eine Reaktivierung erreicht man in jedem Fall durch eine Erhöhung der Temperatur:

1. Eine erneute Aktivierung (z. B. bei 450 °C für St 707, 750 °C für St 101) lässt die chemisch gebundenen Gase ins Innere des Getters diffundieren. Eine Reaktivierung kann bis zu 20-mal durchgeführt werden, bevor die Erhöhung der Konzentration der gebundenen Gase im Inneren des Getters die Pumpleistung nennenswert beeinträchtigt.
2. Durch eine starke Erhöhung der Temperatur verschiebt man das Gleichgewicht zwischen im Getter gebundenem und im Gasraum vorliegendem Wasserstoff. Der Wasserstoff-Partialdruck im Vakuum steigt deutlich an und der Wasserstoff kann mit mechanischen Pumpen abgezogen werden. Nach Abkühlen des Getters kann wieder Wasserstoff aufgenommen werden. Dieser Prozess ist (theoretisch) beliebig oft zu wiederholen. In der Regel werden neben dem Wasserstoff aber auch kleinere Mengen anderer Gase vorhanden sein, die an der Oberfläche reagieren.
3. Als dritte Möglichkeit gibt es die „kontinuierliche“ Reaktivierung, d. h., man betreibt die Getterpumpe nach der Aktivierung permanent bei höherer Temperatur. Diese Betriebsart ist nur bei hohem Gasanfall (nicht H₂) sinnvoll. Die Betriebstemperaturen liegen deutlich unter den Aktivierungstemperaturen (z. B. bei 280 °C für St 707, 400 °C für St 101).

3.2.4 Anwendung von NEG-Pumpen

NEG Materialien werden in zahlreichen Anwendungen, in denen abgeschlossene Vakua eine lange Standzeit erreichen müssen, eingesetzt. Diese reichen von jeder Art von Elektronenröhren [15] über Lampen bis zu Edelstahlthermoskannen. Außerdem werden die Materialien zur Herstellung von Gasreinigern benutzt, die Prozessgase für die Halbleiterindustrie bis in den ppt-Bereich reinigen [16]. NEG-Pumpen im engeren Sinne werden überwiegend im UHV-Bereich verwendet, da sie eine hohe Pumpleistung für Wasserstoff haben, der dort den Endruck bestimmt. Sie werden dabei mit anderen Pumpen kombiniert, z. B. mit Turbomolekularpumpen. Kommerziell erhältliche sind auch fertige Kombinationen von Iongetterpumpen mit NEG-Pumpen.

Volumengetter werden vor allem dort eingesetzt, wo ein Verdampfen von Metall im Vakuum unerwünscht ist, oder eine Oberfläche zum Aufdampfen eines Metallfilms nicht zur Verfügung steht. Des Weiteren ist das sehr große Saugvermögen pro Volumen hervorzuheben. Dadurch können NEG-Pumpeinheiten sehr kompakt gemacht werden und in Bereichen eingesetzt werden, in denen entweder ohnehin nur wenig Platz zur Verfügung steht oder ein kleiner „Fußabdruck“ gewünscht ist. Das besonders hohe Saugvermögen für Wasserstoff macht sie besonders für UHV-Systeme, in denen Wasserstoff als Restgas dominiert, interessant. Weitere Vorteile der NEG-Pumpen sind ihr geringes Gewicht, die Vibrationsfreiheit, ihr sehr geringer Energiebedarf, die Wartungsfreiheit und ihre Unempfindlichkeit gegen Magnetfelder. (Die magnetische Permeabilität der meisten Legierungen liegt unter 1,001.)

Konkrete Anwendungsbereiche sind die Oberflächenanalyse, Atom- und Ionenfallen, Photokathoden [17] und Röntgenröhren, sowie Physik-Großexperimente wie Teilchenbeschleuniger, Synchrotrons, freie Elektronenlaser, etc. [18–26]. Im industriellen Umfeld sind sie besonders in Elektronenmikroskopen (SEM/TEM) und in Elektronenlithographiesystemen für Waferprozesse und -inspektion eingesetzt. Da NEG Pumpen keine Edelgase pumpen, gibt es Anwendungen in industriellen Sputteranlagen (*in situ* purification) und auch in Geochronologie-Laboren.

Die geringe Leistungsaufnahme einer Getterpumpe (nach der Erstaktivierung ist häufig keine weitere Energiezufuhr notwendig) führt zu ihrer Anwendung in mobilen Analysengeräten (GCM/MS) und zu ihrem Einsatz in Weltraumexperimenten. Schließlich eignet sich eine Volumengetterpumpe auch zur Einstellung eines bestimmten Wasserstoffdrucks im Vakuum über die Gettertemperatur.

3.2.5 Sicherheits- und Betriebshinweise

Lufteinbruch während der Aktivierung

Während der Aktivierung oder Reaktivierung des Gettermaterials muss ein plötzlicher Zutritt von Luft vermieden werden. Bei Temperaturen oberhalb von 450 °C (für St 101) bzw. 200 °C (für St 707) wird das Gettermaterial mit dem Sauerstoff der Luft durchreagieren. Dieses Verbrennen des Materials erfolgt langsam fortschreitend und nicht explosiv. Bei niedrigeren Temperaturen wird das Material nicht komplett reagieren, es kann aber zu einer Bildung einer verstärkten Passivierungsschicht kommen. In diesem Fall ist danach eine Reaktivierung bei einer höheren Temperatur als gewöhnlich notwendig.

Belüften

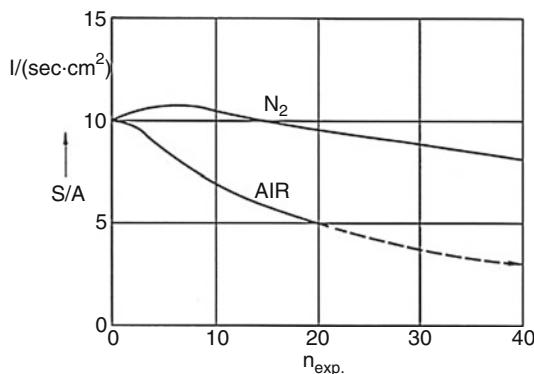
Ein Belüften einer Volumengetterpumpe mit reaktiven Gasen (Luft) bei Temperaturen unterhalb von 50 °C ist unproblematisch. Der Getter muss danach lediglich reaktiviert werden. Bei jedem Belüftungsvorgang sorbiert der Getter allerdings irreversibel Gas und damit wird die nach der Reaktivierung zur Verfügung stehende Kapazität reduziert. Zehn Reaktivierungen reduzieren die Sorptionseigenschaften des Getters noch nicht wesentlich. Es ist vorteilhaft, wenn zur Belüftung Stickstoff verwendet werden kann, da dann die Pumpgeschwindigkeit auch nach mehreren Reaktivierungen hoch bleibt (nach ca. 30 Zyklen ist S bei Belüftung mit N₂ noch 80 % von S_{initial} , bei Belüftung mit Luft noch 40 % von S_{initial} , Abb. 14)

Als weitere Option kann man mit reinem Argon als Schutzgas belüften, um den Getter aktiviert zu belassen, dies dürfte allerdings in der Praxis nur selten möglich sein.

Überhitzen der Getterkartusche

Bei den Getterkartuschen auf Basis von Getterstreifen, die Konstantan als Basismaterial verwenden, sollten Temperaturen von über 750 °C vermieden werden, da sie zum Verdampfen von Kupfer oder Mangan als Bestandteile des Konstantan führen könnten. Schließlich besteht die Möglichkeit, dass sich oberhalb von 850 °C eutektische Verbindungen zwischen Zirconium und Kupfer bilden, die zu einem Schmelzen der Getterkartusche führen können.

Abb. 14 Einfluss der Anzahl der Expositionen n_{exp} zu Luft (AIR) und Stickstoff, mit anschließender Reaktivierung, auf das flächenbezogene Saugvermögen S/A für Wasserstoff. Getterstoff St 10 [12]



Versprödung des Gettermaterials

Wie oben erwähnt, beginnt über einer gewissen Konzentration an gelöstem Wasserstoff im Getter die Bildung von Hydriden im Getterkörper. Dies bedingt eine Änderung im Kristallgefüge und eine Versprödung des Materials. Solch hohe Wasserstoff-Konzentrationen treten aber nur bei zusätzlichen Wasserstoff-Quellen im System auf. Für die traditionellen Gettermaterialien wie St 101[®], St 707[®] oder St 172 ist der Betrieb für Wasserstoff sicher bei Konzentrationen bis zu 2700 Pa L/g (10 Torr L/g). Für höhere Konzentrationen müssen andere Legierungen verwendet werden. So kann ZAO[®] 1 bis zu 5400 Pa L/g betrieben werden.

3.2.6 Trends der NEG Pumpen Technologie

Die neueren Entwicklungen haben vor allem zwei Hauptziele:

1. Die Ausdehnung des Arbeitsdrucks Richtung Hochvakuum
2. Partikelfreiheit

1. Ausdehnung des Arbeitsdrucks

Eine Möglichkeit, den Arbeitsdruck zu erhöhen, wäre eine Temperaturerhöhung. Dabei erhöht sich aber der Wasserstoffgleichgewichtsdruck, so dass die verbesserte Pumpeigenschaft für aktive Gase durch einen zu hohen Wasserstoffdruck erkauft werden müsste. Das neue Gettermaterial ZAO[®] 1 hat jedoch die Wasserstoffisotherme um mehr als eine Größenordnung gesenkt (Abb. 15). Diese Legierung kann in Scheibenformen gesintert und in Kartuschen gestapelt werden. Bei 200 °C und einer Aufnahme von 100 Pa L/g liegt der H₂-Druck noch nahe bei 10⁻⁸ Pa (10⁻¹⁰ mbar), so dass ein Pumpen bei wesentlich höheren Arbeitsdrücken noch möglich ist.

Abb. 16 zeigt das Verhalten des Saugvermögens einer ZAO[®] 1 NEG Pumpe, welche eine feste Zeit einem CO Druck von 1,3 mPa ausgesetzt und danach jeweils regeneriert wurde. Jede Kurve entspricht einem einjährigen Betrieb bei $3 \cdot 10^{-6}$ Pa CO.

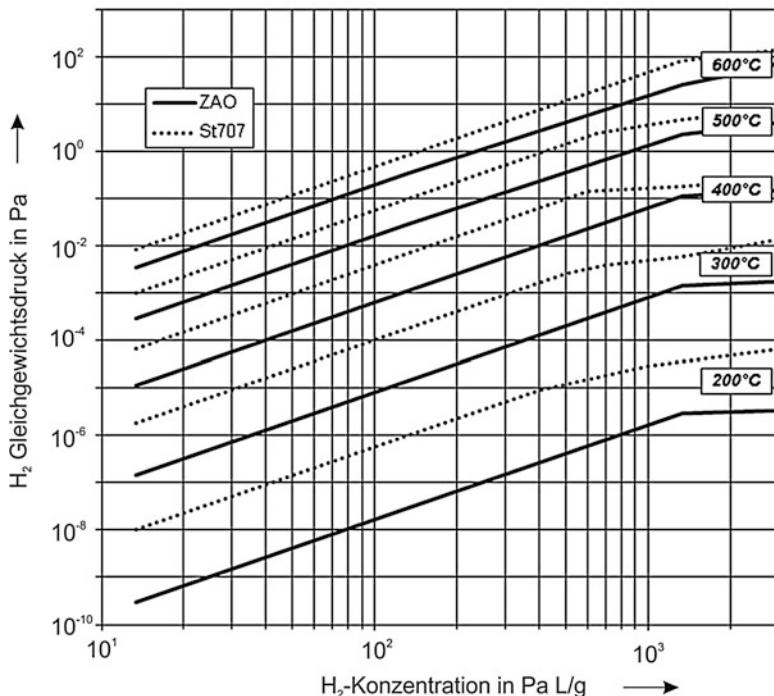


Abb. 15 Wasserstoffgleichgewichtsdruck (Isotherme) für St 707® und ZAO®1 Legierungen. Mit freundlicher Genehmigung der SAES Getters S.p.A

2. Partikelfreiheit

NEG Pumpen, die komprimiertes Pulver verwenden, werden nicht für Anwendungen empfohlen, in denen Partikelfreiheit gefordert ist. Bei der Anwesenheit starker elektromagnetischer Felder können Staubpartikel aus dem Pulver elektrostatisch aufgeladen werden und sich im Raum bewegen. Dies ist besonders bei Hochenergiebeschleunigern misslich, wenn sie mit dem Strahl interferieren. In der Halbleiterindustrie können Partikel Defekte auf den integrierten Schaltkreisen verursachen. Für solche Anwendungen werden daher gesinterte Volumengetter eingesetzt. Selbst diese können jedoch bei empfindlichen Anwendungen noch zuviele Partikel aufweisen. Gesinterte Scheiben des neuen ZAO®1 Materials zeigen auch in diesem Punkt eine deutliche Verbesserung [27] und können in supraleitenden RF Hohlraumresonatoren oder in Höchstleistungsphotokathoden eingesetzt werden.

3.3 Verdampferpumpen

3.3.1 Materialien der Verdampfer

Verdampfungsgetter bestehen meist aus den Metallen Barium, Magnesium, Aluminium, Thorium oder Titan. Ähnlich wie bei den Volumengettern wird das

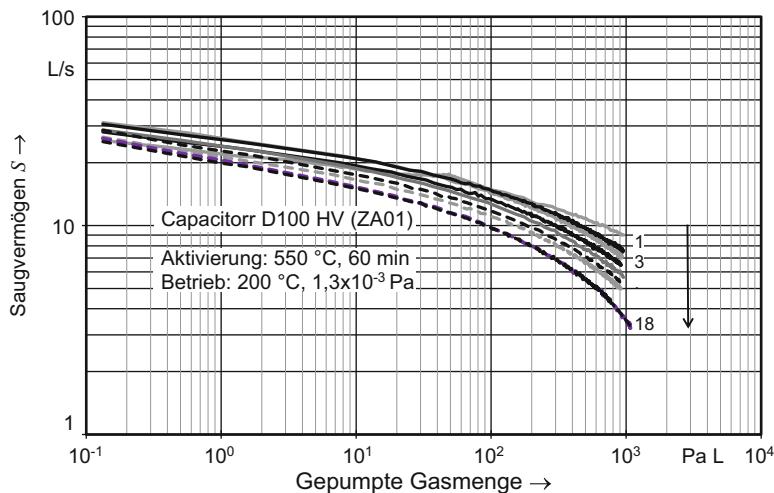
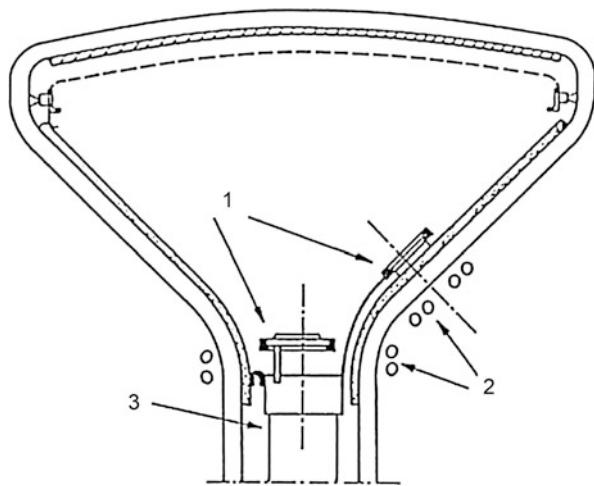


Abb. 16 Saugvermögen für CO in Abhängigkeit von der bereits gepumpten Gasmenge für ZAO®1 bei einem Ansaugdruck von 1,3 mPa und einer Temperatur von 200 °C. Die Kurven zeigen von oben nach unten das Saugvermögen nach je zwei weiteren Regenerationen (bis 18). Mit freundlicher Genehmigung der SAES Getters S.p.A

Verdampfungsgetter zuerst, möglichst im Hochvakuum, mit einer Hilfspumpe entgast, indem es so stark erhitzt wird, dass gerade noch keine merkliche Verdampfung stattfindet. Dieses Erhitzen geschieht ebenso wie die nachfolgende Erhitzung zum Verdampfen entweder mit Hilfe einer über den Rezipienten geschobenen Hochfrequenzspule oder durch Erhitzen eines geeigneten hochschmelzenden Unterlagematerials (z. B. Wolfram), auf dem das Gettermaterial angebracht ist, durch direkten Stromdurchgang. Die Entgasung ist dann beendet, wenn bei laufender Pumpe der Druck, der beim Anheizen stark ansteigt, etwa wieder auf den Ausgangsdruck gesunken ist.

Nach dem Entgasen wird das Gettermaterial durch Temperaturerhöhung verdampft. Ausreichende Verdampfungsgeschwindigkeit ist bei einem Dampfdruck von etwa 1 Pa erreicht. Das verdampfte Gettermaterial schlägt sich an den kalten Rezipientenwänden nieder. Da sich hierbei völlig frische Oberflächen bilden, nimmt das Getter viel Gas auf. Abb. 17 zeigt als Beispiel die Verwendung eines Barium-Getters – als dem klassischen Verdampfungsgitter – in einer Fernsehbildröhre. Die als Gettersubstanz dienende ba-AL-Legierung BaAl₄, die etwa 200 mg bis 300 mg reines Barium ergeben muss, ist als Pulver mit Nickel vermischt und in einen mit Nickel beschichteten Stahlring eingepresst. Er wird an geeigneter Stelle in der Röhre befestigt. Nach dem Evakuieren und Ausheizen wird der Ring mittels einer außen anliegenden HF-Spule auf etwa 800 °C erhitzt. Bei dieser Temperatur reagiert das Pulver (1,0 g bis 1,5 g) leicht exotherm, die BaAl₄-Legierung zerfällt, Barium wird frei und verdampft. Der Barium-Dampf schlägt sich auf der nicht erhitzen Innenwand der Röhre nieder und bildet dort eine dünne, spiegelnde Schicht, die beim Betrieb der Röhre eine Temperatur von etwa 60 °C annimmt.

Abb. 17 Verdampfungsgitter in einer Fernsehröhre [28]. 1 Verdampfungsgitter, entweder im Hals der Röhre oder – seitlich – an der sogenannten „Antenne“ angebracht; 2 HF-Spule; 3 Elektronenkanone



Infolge der verhältnismäßig großen Barium-Menge hat die Getterschicht eine geometrische Oberfläche von einigen bis vielen 100 cm^2 . Dies ermöglicht, den Restgasdruck in der Röhre über deren Lebensdauer auf weniger als 10^{-5} Pa zu halten: Ultrahochvakuum im Wohnzimmer!

3.3.2 Saugvermögen

Die Volumenstromstärke eines Gases auf die Behälterwand der Fläche A , also auch auf eine Getterfläche, ist im Hochvakuum $q_V = A\bar{c}/4$ (Tab. 10 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“). Treffen die Gasmoleküle auf eine Getterfläche, so werden sie mit einer Haftwahrscheinlichkeit s (► Abschn. 2.1 in Kap. 11, „Sorption und Diffusion“) festgehalten (adsorbiert) und mit der Wahrscheinlichkeit $(1 - s)$ reflektiert. Damit wird also das Saugvermögen eines Getters der Fläche A

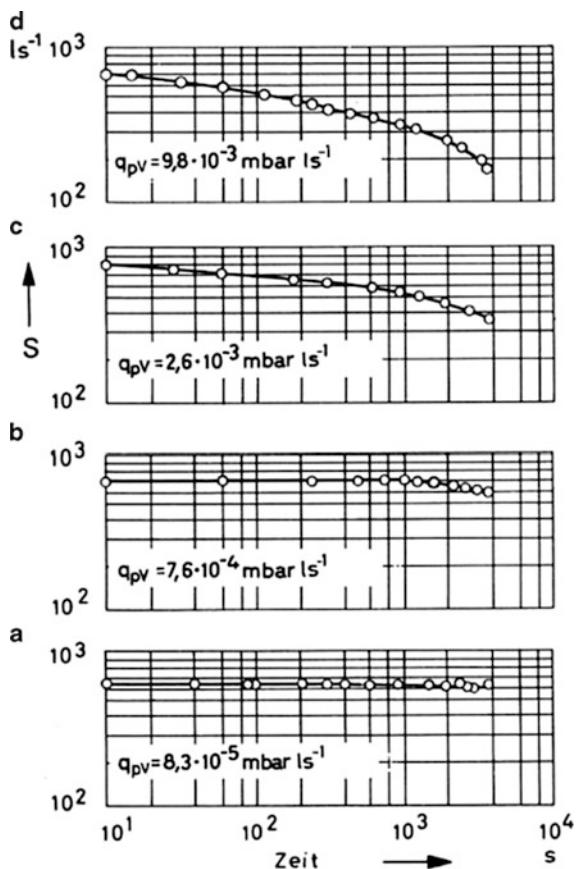
$$S = sA \frac{\bar{c}}{4} \quad (14)$$

Für Luft bei 20°C ergibt sich (Beispiel 4, in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) der Wert $j_V = 11 \text{ L}/(\text{s cm}^2)$, für Wasserstoff bei 20°C ist $j_V = 43 \text{ L}/(\text{s cm}^2)$. Die Haftwahrscheinlichkeit s auf Titan ist für einige Gase in Tab. 4 zusammengestellt. Diese Werte können nur als Richtwerte gelten, weil sie sehr stark von den Versuchsbedingungen abhängen. Bei niedriger Gettertemperatur ist s größer als bei hoher, mit dem Bedeckungsgrad θ nimmt s ab. In Abb. 18 ist eine Messung des Saugvermögens S eines Titanverdampfungsgitters der Fläche $A = 800 \text{ cm}^2$ für Wasserstoff bei Zimmertemperatur des Getters und vier verschiedenen konstant gehaltenen Drücken p im Rezipienten wiedergegeben [28]. Der Wasserstoff-Volumenstrom auf das Getter ist in allen vier Fällen zu allen Zeiten der gleiche, nämlich s.o. = 35.000 L/s, die pV -Stromstärken $q_{pV} = pq_V$ sind in den Teilbildern angegeben.

Tab. 4 Haftwahrscheinlichkeit s für einige Gase auf Titan [29] bei verschiedenen Bedeckungsgraden θ

Bedeckungsgrad	$\theta = 0,5$		$\theta = 1$		$\theta = 2$		$\theta = 5$	
Gas	$s(77)$	$s(300)$	$s(77)$	$s(300)$	$s(77)$	$s(300)$	$s(77)$	$s(300)$
H_2	0,06	0,04	0,03	0,02			0,02	0,015
H_2 [30]	0,2	0,01						
N_2	1	0,3	0,005	0,001				
O_2	1	1	1	1	0,8	0,9	0,05	0,001
CO	1	1	0,8	0,2	0,1			

Abb. 18 Abhängigkeit des Saugvermögens S (der „Gettergeschwindigkeit“) eines Titan-Verdampfungsgitters (Getterfläche $A = 800 \text{ cm}^2$, Gettertemperatur 20°C) von der Zeit, für Wasserstoff verschiedenem Drucks:
a $p = 2,44 \cdot 10^{-7} \text{ Pa}$; **b** $p = 2,25 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}$; **c** $p = 7,59 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}$; **d** $p = 2,87 \cdot 10^{-5} \text{ Pa}$ [28]



Die Teilbilder zeigen zunächst, dass zu Beginn der Gasaufnahme (bei $t = 10 \text{ s}$) das Saugvermögen des Getters unabhängig von p den Wert $S_0 = 700 \text{ L/s}$ besitzt. Die Haftwahrscheinlichkeit der Getteroberfläche zu Beginn des Pumpens errechnet sich daraus mit Gl. 14) zu $s_0 = 0,02$. Weiter schließt man aus Abb. 18: Je höher der

Druck im Rezipienten, je höher also der Begasungsstrom ist, desto schneller fällt das Saugvermögen zeitlich ab. Das bedeutet, dass mit wachsender Bedeckung s sinkt. Im Falle einer Monobedeckung beträgt die auf der Getterfläche sitzende Wasserstoffmenge nach Gl. 3 $(pV)_{mono} = \tilde{b}_{mono}A = 3PaL$. Wäre die Haftwahrscheinlichkeit konstant gleich s_0 , so würde die Getterfläche in den Monozeiten $t_{mono} = (pV)_{mono}/s_0q_{pV}$ (► Abschn. 2.6 in Kap. 11, „Sorption und Diffusion“) bedeckt sein, in den Fällen a bis d von Abb. 18 in den Zeiten $t_a \approx 18.000$ s, $t_b \approx 1900$ s, $t_c \approx 560$ s, $t_d \approx 150$ s. Im Fall a ist die Versuchszeit nur etwa ein Fünftel der Monozeit, s ist konstant gleich s_0 . Im Fall d ist für $t_d \approx 150$ s das Saugvermögen von $S_0 = 700$ L s auf $S = 500$ L/s gesunken, also die Haftwahrscheinlichkeit von 0,02 auf 0,014. Die Monozeit wird daher etwas größer, etwa zu $t_d \approx 180$ s anzunehmen sein. Die Versuchsdauer ist in diesem Fall etwa 20-mal so groß wie die Monozeit, wobei allerdings s auf etwa $s_0/4$ abgenommen hat.

Daraus kann man abschätzen, dass das Getter in dieser Zeit 5 bis 10 Monolagen aufgenommen hat. Da ein Aufbau von vielen Schichten nicht denkbar ist, weil eine so massive Schicht „festen“ Wasserstoff bei Zimmertemperatur darstellen würde, muss man sich daher den Getternvorgang so vorstellen: Die Moleküle treffen auf die Oberfläche, werden dort adsorbiert und diffundieren anschließend ins Innere. Dieser Diffusionsprozess geht so schnell, dass die Oberflächenbedeckung θ über einen langen Zeitraum sehr klein bleibt ($\theta = 1$), so lange, bis sich ein Gradient der Teilchenanzahl dichte $\partial n/\partial x$ (x : Richtung senkrecht zur Oberfläche) aufgebaut hat, der die Diffusionstromdichte immer kleiner werden lässt (vgl. ► Abschn. 4 in Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“). Die Oberfläche kann dann nur so viele Teilchen aufnehmen, wie in das Gettermaterial eindiffundieren können. Es gilt für das Saugvermögen

$$S = s(\theta)q_V = AD \frac{\partial n}{\partial x} \quad (15)$$

Wenn im Laufe der Zeit $\partial n/\partial x$ immer kleiner wird, sinkt das Saugvermögen S proportional. Ist der Getter mit Teilchen gesättigt, geht S sogar gegen Null.

Abb. 19 zeigt die Zeitabhängigkeit des Saugvermögens S eines Barium-Verdampfungsgitters der Fläche $A = 8 \text{ cm}^2$ für Sauerstoff und Kohlenmonoxid bei der Gettern temperatur $\vartheta = 50^\circ\text{C}$ und dem Druck $p = 6,7 \cdot 10^{-2}$ pa im Behälter. Das Saugvermögen für Sauerstoff S_{O_2} bleibt etwa 10 min konstant, sinkt aber dann stetig ab und beträgt nach 40 min nur noch 1/5 des Anfangswerts. S_{CO} hingegen ist nach 5 min praktisch Null geworden.

Dieses sehr verschiedenartige Verhalten ist darauf zurückzuführen, dass Sauerstoff mit der ganzen Bariumschicht unter Bildung von Bariumoxid reagiert, während bei Kohlenmonoxid eine dünne Schutzschicht entsteht, die eine weitere Gasaufnahme verhindert. Bei Temperaturen $\vartheta < 40^\circ\text{C}$ bildet auch Sauerstoff eine Schutzschicht.

Bei Temperaturen $\vartheta > 80^\circ\text{C}$ kann auch die Schutzschicht beim Kohlenmonoxid vermieden werden. Ähnlich wie bei Verdampfungsgattern liegen die Verhältnisse auch bei Volumengettern (Abb. 20).

Abb. 19 Zeitabhängigkeit des Saugvermögens S eines Barium-Verdampfungsgetters für Sauerstoff und Kohlenmonoxid. Fläche $A = 8 \text{ cm}^2$, Gettertemperatur $\theta = 50^\circ\text{C}$, Druck im Behälter $p = 6,7 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$ [31]

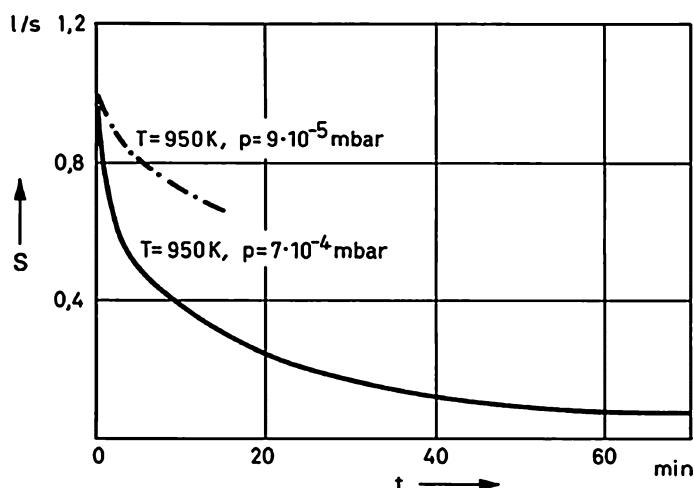
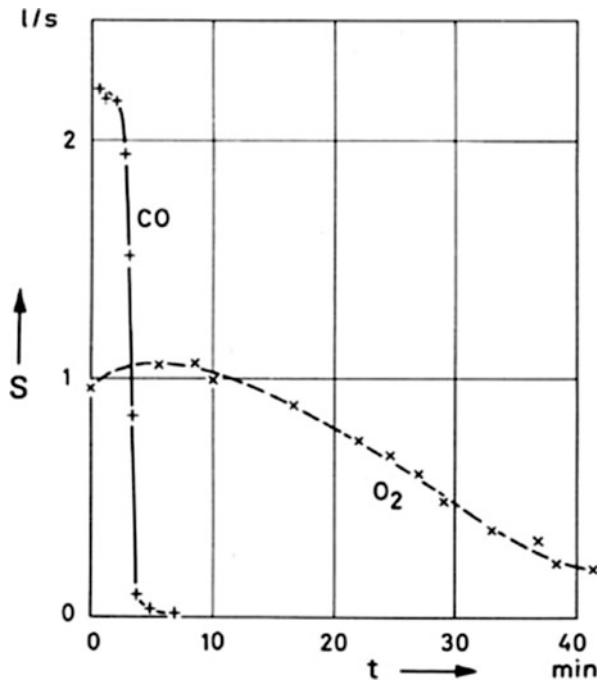


Abb. 20 Zeitabhängigkeit des Saugvermögens S eines Thorium-Volumengetters für Sauerstoff bei zwei verschiedenen Ansaugdrücken. Fläche $A = 4 \text{ cm}^2$, Gettertemperatur $T = 950 \text{ K}$ [31]

Tab. 5 Massenbezogene oder spezifische Getterkapazität C_{Getter} einiger Stoffe bei $\vartheta = 20^\circ\text{C}$ für verschiedene Gase

Getterstoff	Art des aufgenommenen Gases	C_G in Pa L/mg	Quelle
Titan	H ₂	27	[28]
	O ₂	4,4	[32]
	N ₂	0,85	[32]
Aluminium	O ₂	1	[33]
Magnesium	O ₂	2,7	[33]
Barium	H ₂	11,5	[33]
	O ₂	2	[33]
	N ₂	1,26	[33]
	CO ₂	0,69	[33]
Mischmetall (Cer-Lanthan)	H ₂	6,13	[33]
	O ₂	2,8	[33]
	N ₂	0,43	[33]
	CO ₂	0,29	[33]

3.3.3 Getterkapazität

Die gesamte von einem Getter aufnehmbare Gas- oder Dampfmenge nennt man Getterkapazität. Sie ist vielfach so groß, dass die Anzahl der aufgenommenen Atome oder Moleküle von der gleichen Größenordnung wie die Anzahl der Atome (Moleküle) des Getters ist. Bei Edelgasen, die nur an der Oberfläche adsorbiert werden, ist die Getterkapazität um viele Zehnerpotenzen kleiner. Einen Überblick über die spezifische Getterkapazität C_{Getter} von im Hochvakuum aufgedampften Verdampfungsgattern gibt Tab. 5.

Beispiel 6

Nach Tab. 5 ist die spezifische Getterkapazität von Titan für Wasserstoff $C_{\text{Getter}} = 27 \text{ Pa L mg}^{-1}$. Die molare Masse von Titan ist $M_{\text{molar}} = 48 \text{ g/mol}$. Daraus folgt, dass in $m = 1 \text{ mg}$ die Anzahl $N = 1,25 \cdot 10^{19}$ Titanatome enthalten sind. Wegen $pV = NkT$ (Gl. 19 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) enthält die pV -Menge (pV) = 27 Pa L die Teilchenanzahl $N = 6,7 \cdot 10^{18}$, d. h., auf $1,25 \cdot 10^{19}$ Titanatome kommen $6,7 \cdot 10^{18}$ Wasserstoffmoleküle, die in die doppelte Anzahl, also $1,34 \cdot 10^{19}$ Wasserstoffatome dissoziert sind, so dass auf ein Titanatom des Getters etwa ein Wasserstoffatom (Proton) kommt, das auf Zwischenplätzen des Titans sitzt.

3.3.4 Aufbau der Verdampfergetterpumpen

Bei den Verdampfergetterpumpen (Sublimationsgetterpumpen) nutzt man die Adsorption von chemisch aktiven Gasen an der Oberfläche eines dünnen Getterfilms zum Pumpen aus. Das Saugvermögen ist dann besonders groß, wenn der Getterfilm frisch aufgebracht ist und durch Kühlen auf niedriger Temperatur gehalten wird.

Da das Saugvermögen mit wachsendem Bedeckungsgrad θ erheblich abfällt, wird die Getterschicht nach Aufbau etwa einer halben Monolage ($\theta = 0,5$) adsorbiert Gasteilchen erneuert.

Nach Gl. 12 ist das flächenbezogene Saugvermögen

$$S_A = \frac{S}{A} = s \frac{\bar{c}}{4} \quad (16)$$

und, wenn man die Bedeckungsgradabhängigkeit der Haftwahrscheinlichkeit s vernachlässigt, also $s = s_0(\theta = 0)$ setzt

$$S_A = s_0 \frac{\bar{c}}{4} \quad (17)$$

Es ist unabhängig von der Teilchenanzahl dichte und damit auch vom Druck, allerdings nur so lange, wie durch Erneuerung der Oberfläche durch kontinuierliche oder diskontinuierliche Bedampfung $\theta = 1$ gehalten wird. Ist die durch Leistung und Anordnung der Verdampferquelle vorgegebene maximal mögliche Aufdampfrate erreicht, wird bei höheren Drücken das Saugvermögen kleiner. Abb. 21 zeigt dieses Verhalten von $S(p)$. Bei Drücken, bei denen die mittlere freie Weglänge \bar{l} der verdampften Atome des Getterstoffs im abzupumpenden Gas in die Größenordnung des mittleren Abstands von Verdampfer zu Getterschirm L kommt oder kleiner wird ($\bar{l} < L$), wird die Aufdampfrate auf dem Getterschirm immer kleiner, so dass das Saugvermögen zusätzlich reduziert wird und die Pumpwirkung schließlich ganz aufhört.

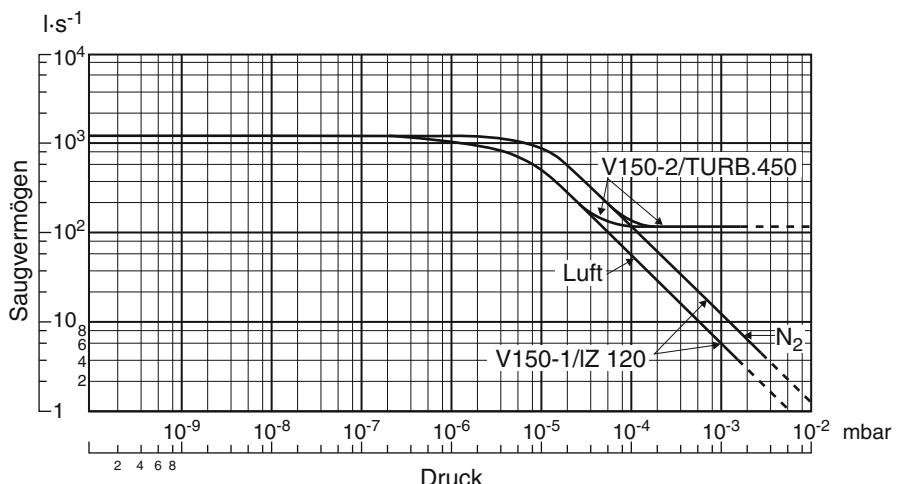


Abb. 21 Saugvermögen einer Titan-Verdampferpumpe in Abhängigkeit vom Druck beim Abpumpen von Luft und Stickstoff. Verdampferpumpe V 150-1 (Abb. 22) kombiniert mit Ionenzerstäuberpumpe IZ 120. Verdampferpumpe V 150-2 kombiniert mit Turbomolekularpumpe TURBOVAC 450

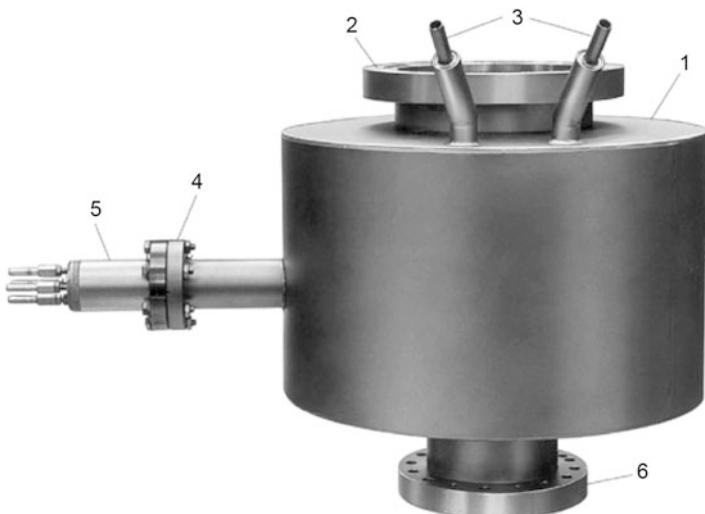


Abb. 22 Titan-Verdampferpumpe V 150-2 (siehe auch Abb. 23): 1 Pumpengehäuse; 2 Anschlussflansch für den Vakuumbehälter; 3 Kühlmittelzu- und -abfuhr (Wasser oder LN₂); 4 Anschlussflansch für Verdampfereinheit 5; 6 Anschlussflansch für Zusatzpumpe

Verdampfergetterpumpen sind besonders einfach gebaut (Abb. 22). Sie bestehen aus einem Verdampfer für den Getterstoff und einem Schirm als Auffänger für den Getterfilm und damit als Sorptionsfläche für das abzupumpende Gas. Als Getterstoff wird fast ausschließlich Titan [32] verwendet, das in großtechnischem Maßstab hergestellt wird und billig ist. In seiner einfachsten Form kann der Getterschirm identisch mit einem Teil der Vakuumbehälterwand sein. Insbesondere bei UHV-Apparaturen, in denen hauptsächlich bei Drücken $p < 10^{-6}$ Pa gearbeitet wird, ist die Flächenstoßrate klein und die Bedeckung der Getteroberfläche erfolgt so langsam, dass nur wenig Titan aufgedampft werden muss. Die Wärmezufuhr zum Getterschirm (Kondensationswärme) ist gering und die Wärmeabgabe durch die Behälterwand an die Umgebung reicht aus, um den Getterfilm auf Raumtemperatur zu halten. Falls trotzdem – bei höheren Drücken – erforderlich, kann der Behälter durch Ventilatoren oder durch eine auf die Außenwand aufgebrachte Kühlslange gekühlt werden. Für höhere Saugleistungen, die eine entsprechend höhere Aufdampfrate und damit verbundene Kondensationswärmeleistung bedingen, wird der Getterschirm besser als von der Behälterwand getrennter Einsatz ausgebildet (Abb. 23).

Als Werkstoff eignet sich wegen seiner guten Wärmeleitfähigkeit Kupfer. Wird er mit flüssigem Stickstoff gekühlt, so muss er vom Vakuumbehälter isoliert werden, um den Kühlmittelverbrauch gering zu halten.

Der begrenzte Ti-Vorrat einer Ti-Verdampferpumpe muss möglichst ökonomisch genutzt werden. Dazu dienen:

1. Einrichtungen zum Konstanthalten der Verdampfertemperatur, z. B. durch Stabilisieren der Elektronenemission des heißen Ti-Drahtes, in Analogie zur Emissionsstabilisierung in Glühkathoden-Ionisationsvakuummetern [34],

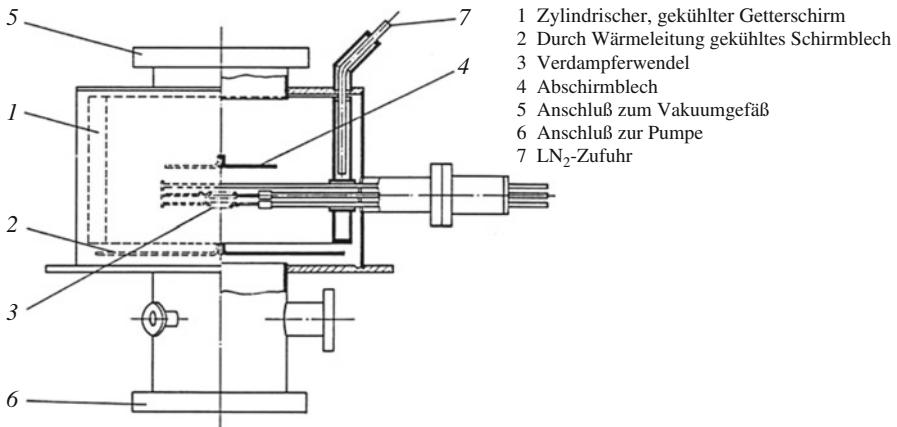


Abb. 23 Schnitt durch die Titanverdampferpumpe Abb. 22 (schematisch)

2. Elektrische Regeleinrichtungen, die den oder die Titanverdampfer nach einem vorher eingestellten Programm intermittierend betreiben. Dabei wird die Dauer der Betriebspause in Abhängigkeit vom Druck im Behälter automatisch geregelt.

Das Saugvermögen der Pumpe hängt nicht nur von der Größe der Getterfläche, sondern auch von der Geometrie des Schirms ab. Gl. 17 gilt streng nur für den Fall, dass die Gasteilchen aus dem ganzen Halbraum ungehindert Zutritt zu jedem Flächen-element der Getterfläche haben und eine ungestörte Maxwell-Verteilung vorliegt.

Im Innenraum des Pumpenhohlkörpers ist diese Verteilung aber sicher gestört. Die Hohlkörperform ergibt sich in der Praxis aber zumeist schon daraus, dass man das rundum von der Verdampferquelle dampfende Titan möglichst vollständig ausnutzen möchte.

Beispiel 7

Der Getterschirm bestehe aus einem Zylinder der Länge $l = 0,3$ m und des Durchmessers $d = 0,25$ m und dessen kreisförmiger Bodenplatte. Er hat also die Fläche $A = \pi l d + \pi d^2/4 = 0,285$ m². Die kreisrunde Deckfläche $A' = 0,049$ m² ist die Ansaugöffnung dieser Getterpumpe. Der Getterschirm wird vollständig mit Titan bedampft, so dass stets eine „frische“ Oberfläche vorhanden ist, und wird mit flüssigem Stickstoff gekühlt. Nach Tab. 3 hat die Haftwahrscheinlichkeit bei $\theta = 0,5$ für N₂ den Betrag $s = 1$, nach Tab. 8, ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ ist für Stickstoff bei 23 °C die mittlere thermische Geschwindigkeit $\bar{c} = 473$ m/s, so dass das Saugvermögen sich nach Gl. 12 zu

$$S = \frac{sA\bar{c}}{4} = 1 \cdot 0,285 \text{ m}^2 \cdot 473 \text{ m/s} \cdot 0,25 \approx 33.700 \text{ L/s}$$

errechnet. Der Strömungsleitwert der Ansaugöffnung ist nach Gl. 9 in ► [Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“](#)

$$C = 11,56 \cdot A' \cdot L / (\text{cm}^2 \text{ s}) \approx 5700 \text{ L/s}$$

Damit wird das effektive Saugvermögen der Anordnung nach Gl. 29 in ► [Kap. 6, „Strömung von Gasen“](#)

$$\frac{1}{S_{\text{eff}}} = \frac{1}{S} + \frac{1}{C}; S_{\text{eff}} = \frac{SC}{S+C} = \frac{33.700 \cdot 5700}{39.400} = 4875$$

Das Saugvermögen wird also praktisch durch die Ansaugöffnung bestimmt. Verzichtet man auf die Flüssig-Stickstoff-Kühlung, so ist nach Tab. 4 nur mit $s = 0,3$ zu rechnen und das Saugvermögen wird $S = 0,3 \cdot 33.700 \text{ L/s} = 10.110 \text{ L/s}$, so dass das effektive Saugvermögen $S_{\text{eff}} = 3645 \text{ L/s}$ ist, also nur um 25 % vermindert wird.

Zum Verdampfen bzw. Sublimieren werden hauptsächlich zwei Methoden angewendet.

Der Widerstandsverdampfer ist besonders einfach in Aufbau und Bedienung und entspricht damit vollkommen der Einfachheit der übrigen Pumpenbestandteile. Er besteht aus einem Titan-Draht, der durch elektrischen Strom direkt erhitzt wird. Der Titandraht ist an zwei Klemmstellen eingespannt, die auf einem gesonderten Flansch montiert sind (siehe Abb. 23), so dass auch ein einfaches Auswechseln möglich ist. Eine Klemme ist über eine vakuumdichte elektrische Durchführung herausgeführt, die andere liegt an Masse. Für einen Draht von 2 mm Durchmesser braucht man einen Strom von etwa 40 A bis 50 A, um eine längenbezogene Verdampfungsrate von etwa $0,02 \text{ g} \cdot \text{Ph}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ zu erreichen. Damit der Verdampfer räumlich nicht zu sehr ausgedehnt ist, wird der Draht wendelförmig aufgewickelt. Drei oder mehr solcher Wendeln sind gemeinsam auf den Flansch montiert. Ist der Titanvorrat einer Wendel erschöpft, wird die nächste in Betrieb genommen, so dass die Vakuumapparatur nicht geöffnet werden muss. Bei hohem Titanbedarf können zwei Wendeln gleichzeitig betrieben werden.

Die Temperaturen zur Erzielung genügend hoher Verdampfungsrationen (1200°C – 1500°C) liegen so hoch, dass die mechanische Stabilität des Titandrahts nachlässt, der Draht wird weich, biegt sich durch und wird durch fortschreitende Umkristallisation spröde. Zur Verbesserung der mechanischen Stabilität verwendet man daher häufig Trägerdrähte aus Molybdän oder Wolfram, die mit Titan bewickelt sind. Als beste Lösung hat sich jedoch ein Draht aus einer Titanlegierung, die 15 % Molybdän enthält, erwiesen [35].

In engen Kanälen (z. B. in Speicherringen) besteht der Ti-Verdampfer lediglich aus einem langen, gestreckten Draht (lineare Pumpe), der in einer Argon-Gasentladung zerstäubt wird [36].

Die Elektronenstrahlverdampfer sind aufwändiger gebaut, haben dafür aber einen größeren Titanvorrat. Sie können deshalb länger ununterbrochen betrieben

werden. Sie bestehen aus einer Anode aus Titan (Titan-Block oder -Stab) und einer oder mehreren Glühkathoden als Elektronenquellen. Die Elektronen werden mit einer Spannung von 2 kV–4 kV beschleunigt. Auf besondere Strahlablenkung oder Strahlformung kann in der Regel verzichtet werden. Das Aufheizen der Titananode nach Einschalten der Glühkathode benötigt eine Zeit von ein bis drei Minuten. Bei hohen Verdampfungsralten muss man mit zusätzlicher Erwärmung der Kathoden durch den Beschuss mit ionisierten Titanatomen rechnen. Eine automatische Emissionsstrom-Konstanthalzung ist deshalb vonnöten. Je nach Form der Titananode kann auch eine Nachschubvorrichtung erforderlich sein, wenn Titan teilweise verdampft ist und der Abstand zur Kathode sich dadurch verändert hat. Solange nur aus der festen Phase verdampft wird, können beide Verdampferarten im Allgemeinen in beliebiger Lage eingebaut werden. Dies trifft nicht mehr zu, wenn zum Erzielen besonders hoher Verdampfungsralten aus der flüssigen Phase verdampft werden soll; dies ist im Falle des Elektronenstrahlverdampfers möglich.

Außer dem eigentlichen Getterschirm werden in einer Getterpumpe weitere Schirmbleche angeordnet, damit kein Titan vom Verdampfer durch die Pumpöffnung in den angeschlossenen Rezipienten gelangen kann. Diese Bleche sollen den Leitwert der Ansaugöffnung möglichst wenig drosseln. Sie sind deshalb in der Regel dicht am Verdampfer angeordnet und wie der Getterschirm ebenfalls gekühlt (Abb. 23).

Die Titanverdampferpumpe wird zusammen mit einer anderen Pumpe verwendet, die die nicht getterbaren Gase wie CH₄ und Edelgase abpumpt. Problematisch in diesem Zusammenhang ist insbesondere die Tatsache, dass im Titanverdampfer selbst CH₄ erzeugt wird [29]. Zur Kombination mit einer Titansublimationspumpe eignet sich jede Hochvakuumpumpe, die ein hinreichendes Saugvermögen für nicht getterbare Gase (Edelgase) besitzt, also eine Diffusionspumpe, Turbomolekularpumpe oder Ionizerstäuberpumpe.

Da man aber die Titanverdampferpumpe meist zur Erzielung eines kohlenwasserstofffreien Vakuums anwendet, vermeidet man die Kombination mit einer Diffusionspumpe. Üblich sind in der Vakuumtechnik daher vor allem Kombinationen von Ionizerstäuber- oder Turbomolekularpumpen mit einer Titanverdampferpumpe. Das Edelgas-Saugvermögen der zusätzlichen Pumpe braucht dabei nur wenige Prozent des Saugvermögens der Titanverdampferpumpe zu betragen, solange der Anteil der durch Titan nicht getterbaren Gase im abzupumpenden Gasgemisch, wie z. B. im Falle von Luft, gering ist.

Die Verwendung der Turbomolekularpumpe ermöglicht bei kurzen Zykluszeiten besonders schnelles Auspumpen und bei entsprechend großzügiger Auslegung der Turbomolekularpumpe Arbeitsdrücke bis hinauf zu 0,1 Pa. Der erreichbare Enddruck ist wegen des guten Saugvermögens der Getterpumpe für Wasserstoff nicht mehr durch das Wasserstoff-Kompressionsvermögen der Turbomolekularpumpe beeinträchtigt. Mit der Kombination Titanverdampferpumpe-Turbomolekularpumpe werden deshalb Drücke im Bereich 10⁻¹⁰ Pa erreicht.

Die Kühlung des Getterschirms mit flüssigem Stickstoff hat den Vorteil, dass das Saugvermögen für Stickstoff etwa doppelt so groß wie bei Wasserkühlung wird. Sie bringt aber den Nachteil, dass man bei Fluten des Vakuumsystems den kalten

Getterschirm vorher aufwärmen und nachher erneut kühlen muss, oder dass man die Titanverdampferpumpe mit einem Ventil abtrennen, also ein weiteres Bauteil verwenden muss.

Wichtig ist auch anzumerken, dass das Verdampfen von Ti auf eine LN₂ gekühlte Oberfläche wesentlich höhere Haftwahrscheinlichkeiten und damit Saugvermögen ergibt, als die Abscheidung auf eine Oberfläche bei Raumtemperatur [29, 37–39].

Literatur

1. Grubner, D.M., et al.: Molekularsiebe. VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin (1968)
2. Dobrozemsky, R.: Vakuum-Technik **22**, 41–48 (1973)
3. Visser, J., Scheer, J.J.: Ned. Tijdschrift Vac. Techn. **11**, 17–25 (1973)
4. Turner, F.T., Feinleib, M.: Eighth National Vacuum Symposium and Second International Congress on Vacuum Congress. Pergamon Press, Oxford (1961)
5. Stern, S.A., Paolo, F.S.: J. Vac. Sci. Techn. **4**, 347–355 (1967)
6. Windsor, E.E.: Physik und Technik von Sorptions- und Desorptionsvorgängen bei niederen Drücken, S. 278–283. Rudolf A. Lang Verlag, Esch (1963)
7. Creek, D.M., et al.: J. Sci. Instr. (J. Phys. E) **2**, 582–584 (1968)
8. Miller, H.C.: Gas desorption temperatures of two molecular sieves. J. Vac. Sci. Techn. **10**, 859–861 (1973)
9. Sancrotti, M., Trezzi, G., Manini, P.: An x-ray photoemission spectroscopy investigation of thermal activation induced changes in surface composition and chemical bonds of two gettering alloys: Zr₂Fe versus Zr₅₇V₃₆Fe₇. J. Vac. Sci. Techn. A **9**, 182 (1991). <https://doi.org/10.1116/1.577518>
10. Ichimura, K., Matsuyama, M., Watanabe, K.: Alloying effect on the activation processes of Zr-alloy getters. J. Vac. Sci. Techn. A **5**(2), 220–225 (1987). <https://doi.org/10.1116/1.574107>
11. Ferrario, B.: Getters and Getter pumps, Kapitel 5. In: Lafferty, J.M. (Hrsg.) Foundations of Vacuum Science and Technology, S. 261–315. Wiley, New York (1998)
12. Benvenuti, C., et al.: Vacuum properties of TiZrV non-evaporable getter films. Vacuum **60**, 57–65 (2001). [https://doi.org/10.1016/S0042-207X\(00\)00246-3](https://doi.org/10.1016/S0042-207X(00)00246-3)
13. Giannantonio, R., et al.: Design and characterization of high capacity nonevaporable getter pumps embedded inside the interaction regions of DAΦNE. J. Vac. Sci. Technol. A **17**, 2093–2098 (1999). <https://doi.org/10.1116/1.581731>
14. Luo, X., Bornschein, L., Day, C., Wolf, J.: KATRIN NEG pumping concept investigation. Vacuum **81**, 777–781 (2007). <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2005.11.053>
15. Boffito, C., et al.: An update of non-evaporable getters in electron tubes. Vakuum-Technik **35**, 212–217 (1986)
16. Juhr, W.: Einsatz von Gettern zur Aufrechterhaltung von Vakua. In: Kerske, et al. (Hrsg.) Vakuumtechnik in der industriellen Praxis, S. 145–169. Expert Verlag, Ehningen (1987)
17. Sertore, D., et al.: Use of non evaporable getter pumps to ensure long term performances of high quantum efficiency photocathodes. J. Vac. Sci. Technol. A **32**, 031602 (2014). <https://doi.org/10.1116/1.4867488>
18. Manini, P. et al.: A novel approach in UHV pumping of accelerators, the NEXTorr pump. In: Proceedings of IPAC'11, San Sebastian, 04–09.09.2011, S. 1536. (2011)
19. Ao, H. et al.: Annular-ring coupled structure linac for the J-PARC linac energy upgrade. In: Proceedings of IPAC'13, Shanghai, 12–17.05.2013, S. 3845. (2013)
20. Hsiung, G.Y., et al.: Vacuum systems for the TPS accelerator. Vacuum **121**, 245 (2015)
21. Bizen, T. et al.: The present status of vacuum system of XFEL in SPring-8. In: Proceedings of IPAC'11, San Sebastian, 04–09.09.2011, S. 1542. (2011)

22. Garion, C.: Simulations and vacuum tests of a CLIC accelerating structure In: Proceedings of IPAC'11, San Sebastian, 04–09.09.2011, S. 1569. (2011)
23. Kasuya, K., et al.: Stabilization of a tungsten <310>cold field emitter. *J. Vac. Sci. Technol. B* **28**, L55 (2010)
24. Manini, P., et al.: A novel route to compact, high performance pumping in UHV-XHV vacuum systems. *Vacuum* **94**, 26–29 (2013)
25. Maccallini, E., et al.: New Approach to meet vacuum requirements in UHV/XHV systems by Non Evaporable Getter Technology. *J. Phys. Conf. Ser.* **390**, 012006 (2012)
26. US patent 8,287,247 B (Oct. 212)
27. Ciovati, G., et al.: Operation of a high-gradient superconducting radio-frequency cavity with a non-evaporable getter pump. *Nucl. Inst. Methods Phys. Res. A* **842**, 92–96 (2017)
28. Kienel, G., Lorenz, A.: Eine Getterpumpe für technische Verwendungszwecke. *Vakuum-Technik* **9**, 1–6 (1960)
29. Gupta, A.K., Leck, J.H.: An evaluation of the titanium sublimation pump. *Vacuum* **25**, 362–372 (1975)
30. Eisworth, L., Holland, L., Laursen, L.: The sorption of N₂, H₂ and D₂ on titanium films at 20°C and –190°C. *Vacuum* **15**, 337–345 (1965)
31. Wagener, S.: Z. angew. Physik **6**, 433–442 (1954)
32. Lückert, J.: Untersuchung zur Gasaufnahme durch aufgedampfte Titanschichten. *Vakuum-Technik* **10**, 1 und 40 (1961)
33. Ehrke, L.F., Slack, C.M.: An Investigation into the gettering powers of various metals for the gases hydrogen, oxygen, nitrogen, carbon dioxide and air. *J. Appl. Phys.* **11**, 129 (1940)
34. Strubin, P.: Study of a new method to control precisely the evaporation rate of titanium sublimation pumps. *J. Vac. Sci. Techn.* **17**, 1216–1220 (1980)
35. McCracken, A.M., Pashley, N.A.: Titanium filaments for sublimation pumps. *J. Vac. Sci. Techn.* **3**, 96–98 (1966)
36. Blechschmidt, D., Unterlechner, W.: Prototyp Vakuum-Sektor für das große Speicherring-Projekt des CERN. *Vakuum-Technik* **28**, 130–135 (1979)
37. Sweetman, D.R.: The achievement of very high pumping speeds in the UHV region. *Nucl. Instr. Meth.* **13**, 317 (1961)
38. Grigorov, G.I., Tzatzov, K.K.: Theory of getter pump evaluation. Sticking coefficients of common gases on continuously deposited getter films. *Vacuum* **33**, 139 (1983)
39. Grigorov, G.I.: Apparent and real values of common gas sticking coefficients on titanium films and application to getter pump devices with periodic active films renovation. *Vacuum* **34**, 513 (1984)

Weiterführende Literatur

40. Ferrario, B., et al.: A new generation of porous non-evaporable getters. *Vacuum* **35**, 13 (1985)
41. Benvenuti, C., Francia, F.: Room-temperature pumping characteristics of a Zr-Al non-evaporable getter for individual gases. *J. Vac. Sci. Techn. A* **6**(4), 2528–2534 (1988)
42. Boffito, C., et al.: Gettering in cryogenic applications. *J. Vac. Sci. Techn. A* **5**(4), 3442–3445 (1987)



Aktive Sorptionspumpen

21

Karl Jousten

Zusammenfassung

Bei aktiven Sorptionspumpen wird die Bindungswirkung der Oberfläche aktiv durch die Kathodenerstäubung einer Gasentladung unterstützt. Daher wird diesen Sorptionspumpen im Gegensatz zu den passiven Sorptionspumpen während der Pumpzeit Energie zugeführt. Der Pumpeffekt beruht auf der Bindungswirkung der ständig neu erzeugten Oberfläche, sowie der Ionen- und Neutralteilchenimplantation.

1 Einleitung

Bei aktiven Sorptionspumpen muss den Pumpen während der Pumpzeit Energie zugeführt werden. Entweder wird die Bindungswirkung der Oberfläche aktiv durch die Kathodenerstäubung einer Gasentladung unterstützt oder die Gasteilchen durch Ionisation und Beschleunigung implantiert. Bei den Ionenerstüberpumpen, auch Iongetterpumpen genannt, geschieht beides. Ionenerstüberpumpen werden benutzt, um großes Saugvermögen bei relativ niedrigen Drücken (geringer Gasanfall) zu erzeugen, z. B. bei UHV-Verfahrensanlagen, Teilchenbeschleunigern, Weltraumsimulationskammern und Oberflächenanalysengeräten. Bei den letzteren wird vor allem auch die Vibrationsfreiheit dieser Pumpenart geschätzt.

Ionenpumpen, in denen die Pumpwirkung ausschließlich darauf zurückzuführen ist, dass die Gasteilchen implantiert (eingeschossen) werden, finden in der Praxis wegen ihres zu geringen Saugvermögens kaum Anwendung. Dazu gehören Orbitronpumpen. Sie haben keine kommerzielle Bedeutung mehr und wurden daher an das Ende dieses Kapitels gestellt.

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

2 Ionenzerstäuberpumpen

2.1 Wirkungsweise

In den Ionenzerstäuberpumpen wird die Sorptionswirkung durch Zerstäuben (Kathodenerstäubung, engl. „sputtering“) eines Gettermaterials in einer Gasentladung und zusätzlich durch Einschuss (Implantation) der Ionen aus der Gasentladung erzeugt. Die Ausnutzung dieser Prozesse zur Entwicklung und Konstruktion von Vakuumpumpen [1] wurde durch die Untersuchungen über die Verhinderung dieser Effekte (Gasaufzehrung und Druckverfälschung) bei Ionisationsvakuummetern angeregt.

Die Gasentladung in einer Ionenzerstäuberpumpe ist vom Penningtyp [2] (► Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“). Abb. 1 zeigt die Elektrodenanordnung, zwei parallele Kathodenplatten K_1 und K_2 und einen Anodenzyylinder A , dessen z -Achse senkrecht zu den Kathodenebenen steht. In z -Richtung wird ein Magnetfeld der Flussdichte $B \approx 0,1$ T–0,2 T angelegt.

Die Betriebsspannung U zwischen Anode und Kathoden beträgt etwa 6 kV. Die in solchen Anordnungen brennende Penningentladung wurde von Knauer [3] und Schuurman [4] eingehend untersucht. Ihr Mechanismus ist in ► Abschn. 4.1 im Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“ ausführlich beschrieben.

Die Pumpeffekte stellen sich im Detail wie folgt dar:

1. Die *Ionenimplantation*. Die in der Entladung erzeugten Ionen werden durch die angelegte Spannung (etwa 6 kV) je nach Entstehungsort auf einige kV beschleunigt, fliegen, da sie wegen ihrer gegenüber der Elektronenmasse großen Masse

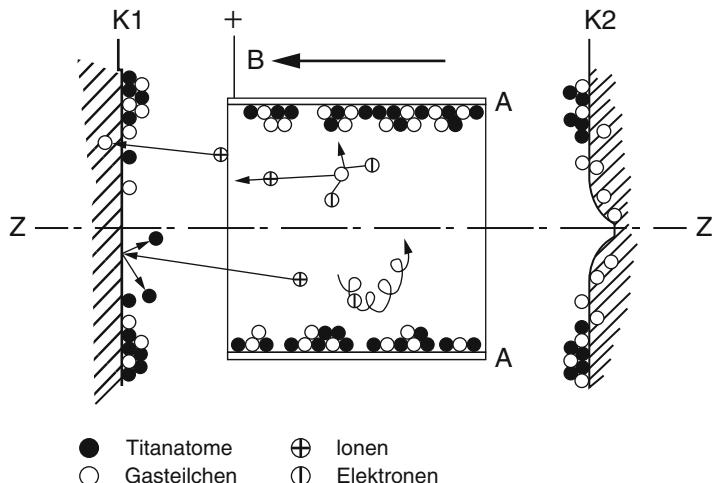


Abb. 1 Schematische Darstellung der Pumpwirkung einer „Penning“-Zelle (Diode). K_1 , K_2 Kathodenplatten aus Gettermaterial (Titan), A Anodenzyylinder mit der z -Achse, B Magnetfeld. Auf A und auf den Randbezirken von K_1 und K_2 Getterfilm mit „gegrabenen“ Gasteilchen. Im Innenbezug von K_2 (und ebenso von K_1 , nicht gezeichnet) implantierte Gasteilchen

Tab. 1 Adsorptionsverhalten verschiedener Gasarten auf Metallen oder Halbmetallen. A: Adsorption, KA: Keine Adsorption. Die Adsorptionsenergie nimmt in der Regel von links nach rechts ab. Aus [5, 6]

Metall	O ₂	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	CO	H ₂	CO ₂	N ₂
Ca, Sr, Ba, Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Fe, Re	A	A	A	A	A	A	A
Ni, Co	A	A	A	A	A	A	KA
Rh, Pd, Pt, Ir	A	A	A	A	A	KA	KA
Al, Mn, Cu, Au	A ^a	A	A	A	KA	KA	KA
K	A	A	KA	KA	KA	KA	KA
Mg, Ag, Zn, Cd, In, Si, Ge, Sn, Pb, As, Sb, Bi, Se, Te	A	KA	KA	KA	KA	KA	KA
	KA	KA	KA	KA	KA	KA	KA

^aNicht auf Au

vom Magnetfeld kaum beeinflusst werden, fast geradlinig auf die Kathode und dringen größtenteils 10 Atomlagen tief in deren Kristallgefüge ein (Ionenimplantation). Dadurch entsteht eine Gasaufzehrung, die für alle Arten von Gasionen wirksam ist, für Atom- und Molekülionen von Edelgasen und anderen Gasen. Sehr große Molekülionen, z. B. von Kohlenwasserstoffen, können allerdings nicht in das Gitter eindringen; von diesen wird daher nur jener Anteil gepumpt, der beim Aufprall in seine Bestandteile zerschlagen wird. Wegen der kleineren kinetischen Energie dieser Bruchstücke ist deren Eindringtiefe geringer.

2. Die *Kathodenzerstäubung*. Die auf die Kathode auftreffenden und zum Teil in den Kristall eindringenden Ionen schlagen aus diesem einzelne oder mehrere Gitteratome heraus. Diese fliegen von der Kathode weg auf die benachbarten Oberflächen und bilden dort einen Getterfilm, wenn die Kathode aus einem Gettermaterial (z. B. Titan) besteht. Die Masse des zerstäubten Materials ist dem Druck in der Pumpe etwa proportional, so dass sich das Saugvermögen der Pumpe dem Druck anpasst. Der Pumpeffekt ist, wie jede Getterwirkung bezüglich der verschiedenen Gasarten stark selektiv. Tab. 1 gibt einen Überblick über die Adsorption von einigen Bestandteilen des Restgases auf verschiedenen Metallen. Je nach der durch die Elektroden und die Raumladungen in der Entladung bedingten Feldkonfiguration kann eine Fokussierung der auf die Kathode beschleunigten Ionen auf die z-Achse auftreten, so dass sich im Zentrum der Kathode ein Zerstäubungskrater ausbildet (Abb. 1, Kathode K₂). In jedem Fall wird die Getterwirkung hauptsächlich am Rande der Kathoden und auf der Anode stattfinden, die Implantation hauptsächlich in der Mittelregion im Krater, weil hier der Getterfilm wieder zerstäubt wird.
3. *Neutralteilchenimplantation*. Wenn Ionen, besonders von Edelgasen, auf die Kathodenfläche auftreffen, können sie von dort reflektiert werden, wenn sie sich im Metall neutralisieren. In der Tat ist auch dies ein häufiges Ereignis in der Ionenerzräuberpumpe. Die neutralisierten Gasteilchen werden dann an anderer Stelle implantiert, weil sie immer noch eine hohe kinetische Energie besitzen.

Der Gettereffekt ist bei der Ionenerst uberpumpe der dominierende Effekt. Trotzdem sind die zwei Implantationsvorg nge von gro er Bedeutung, weil sie die Ursache f r ein nennenswertes Saugverm gen der Ionenerst uberpumpen f r Edelgase sind. Zur Absch tzung des Saugverm gens einer Penningzelle sei folgende einfache 膠erlegung angestellt: Die Zahl der ionisierten Gasmolek le wird proportional zum Druck und zur Zahl der Elektronen $Q_e(p)$ in der Raumladungswolke sein (siehe ▶ [Abschn. 4.1 in Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“](#)). Letztere h ngt leicht vom Druck ab. Das hei t, der Entladungsstrom I ist

$$I = K_1 Q_e(p) p \quad (1)$$

wobei K_1 eine Proportionalit tskonstante ist. Der Quotient I/p wird auch als Empfindlichkeit der Penningzelle bezeichnet.

Ebenso ist anzunehmen, dass die Rate der gepumpten Molek le q_{pV} proportional dem Entladungsstrom ist:

$$q_{pV} = K_2 I = K_1 K_2 Q_e(p) p \quad (2)$$

Da das Saugverm gen $S = q_{pV}/p$, folgt

$$S = K_1 K_2 Q_e(p) \quad (3)$$

Aus ▶ [Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“](#) ist gleichzeitig bekannt, dass

$$I = K p^m \quad m = 1 \dots 1,4 \quad (4)$$

Gleichsetzen von Gl. 1 mit 4 liefert

$$Q_e(p) = \frac{K}{K_1} p^{m-1} \quad m = 1 \dots 1,4 \quad (5)$$

so dass

$$S = K K_2 p^{m-1} \quad m = 1 \dots 1,4 \quad (6)$$

Nach dieser Ableitung ist zu erwarten, dass das Saugverm gen mit abnehmenden Druck p ebenfalls, wenn auch schwach abnimmt.

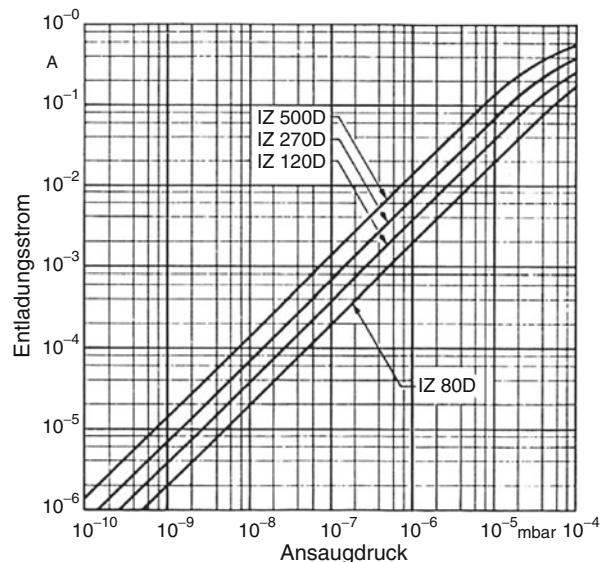
Aus Gl. 3 kann gefolgert werden, dass die Raumladung Q_e f r ein hohes Saugverm gen maximiert werden muss. Dies hat zu vielen Untersuchungen gef hrt, welche Parameter Q_e beeinflussen (Tab. 2).

Bei sonst festgehaltenen Parametern gibt es eine Mindestfeldst rke B_{\min} ($\approx 0,03$ T), unter der die Entladung ausgeht. F r $B > B_{\min}$ steigt S zun chst etwa linear bis zu einem Maximum an und f llt dann wieder ab. Im mit B ansteigenden Bereich steigt S auch linear mit der Hochspannung U_H . Beim Abstand a zwischen Anode und Kathode hat sich gezeigt, dass dieser nicht zu klein darf, um den Durchgang der Gasteilchen von au en in die Penningzelle nicht zu sehr zu behin-

Tab. 2 Einstellgrößen in kommerziellen Ionenerstüberpumpen, die das Saugvermögen S einer Penningzelle beeinflussen

Größe	Symbol	Variationsbreite
Anodenspannung	U_H	3,0 kV–7,0 kV
Magnetfeldstärke	B	0,1 T–0,2 T
Zellendurchmesser	d	1 cm–3 cm
Zellenlänge	l	1 cm–3,2 cm
Abstand Anode–Kathode	a	0,6 cm–1,0 cm
Druck	p^m	$m=1–1,4$

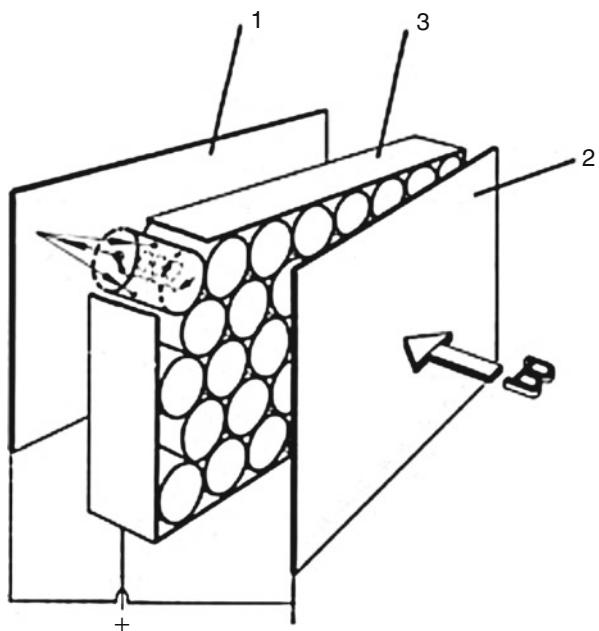
Abb. 2 Entladungsstrom in Ionenerstüberpumpen als Funktion des Ansaugdrucks



dern. Ähnlich verhält sich es sich mit der Zellenlänge l . Ist l zu groß, reduziert sich der Leitwert für das Gas und der Vorteil der größeren Raumladung Q_e wird zunicht gemacht. Bei festem l/d geben größere Werte von d auch größeres Saugvermögen, allerdings nur bei Drücken unter 10^{-4} Pa [7].

Da der Entladungsstrom I in der Penningentladung druckbereichsweise proportional zum Gasdruck ist (Abb. 2, vgl. auch ► [Abb. 25 in Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“](#), Knick bei etwa $p=0,01$ Pa (10^{-4} mbar)), kann die Messung von I wie beim Penningvakuummeter (► [Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“](#)) zur Bestimmung des Drucks in der Pumpe dienen. Es ist jedoch häufig beobachtet worden, besonders bei Wasserstoff [8], dass I (und damit S) bei gleichem Druck abhängig vom Zustand der Pumpe sehr unterschiedlich sein kann, so dass diese Druckablesung mit aller Vorsicht bei der Interpretation durchgeführt werden sollte. Da die Entladung noch bei Drücken $p < 10^{-8}$ Pa brennt, kann eine ausgeheizte Ionenerstüberpumpe zur Erzeugung extrem niedriger Gasdrücke eingesetzt werden.

Abb. 3 Zum konstruktiven Aufbau einer Ionenerst  berpumpe vom Diodentyp. 1 und 2 Kathodenplatten aus Titan, dazwischen im Rahmen 3 die zylindrischen Anodenzenellen. B Magnetfeld, durch Permanentmagnete erzeugt



Die Lebensdauer einer Ionenerst  berpumpe ist im Wesentlichen durch den Verbrauch an Gettermaterial bestimmt. Bei der in Abb. 3 gezeigten Anordnung der Elektroden erfolgt der Abbau der aus Titan bestehenden Kathodenplatten durch Zerst  ubung in Folge der oben genannten Kraterbildung nur sehr ungleichm  ig, so dass etwa 90 % des insgesamt vorhandenen Gettermaterials 脰berhaupt nicht der Entladung ausgesetzt sind und daher ungenutzt bleiben. Eine Verbesserung dieses „Wirkungsgrades“ l sst sich erzielen, wenn das Anodensystem (3) in Abb. 3 parallel zu den Kathodenplatten verschiebbar gemacht wird [9], so dass bisher wenig oder 脰berhaupt nicht beanspruchte Stellen der Platten nunmehr zerst  ubt werden. Als Richtwert f r die Betriebsdauer t_B kommerzieller Ionenerst  berpumpen gilt beim Arbeitsdruck p_A

$$\frac{t_B}{h} \cdot \frac{p_A}{Pa} \approx 4 \quad (7)$$

2.2 Technischer Aufbau (Diodentyp)

Wenn eine einzige Penningzelle ein kleines Saugverm  gen S_z besitzt, liegt es nahe, n solcher Zellen parallel zu legen, um ein Saugverm  gen von nS_z zu erzielen. Reikhrudel et al. [10] berichteten 脰ber eine erste solche Vielzellen-Ionenerst  berpumpe. Heute werden die Anodenzenellen nebeneinander in einer Wabenanordnung

parallel geschaltet (Abb. 3). Die gemeinsamen Kathoden-Platten sind im Abstand von einigen Millimetern davon angeordnet. Das ganze Elektrodensystem ist eine Diode und sitzt in einem vakuumbdichten, nicht magnetischen Gehäuse, das sich im Spalt eines außerhalb des Vakuums befindlichen Permanentmagneten befindet. Die Gehäusetaschen sind entweder an einem Pumpengehäuse mit Flansch oder direkt in der Wand des Rezipienten angebracht. Das Magnetsystem wird für alle Elektrodensysteme gemeinsam mit ringförmigen Joch gebaut. Dadurch werden die Streufeldverluste gering gehalten und die magnetische Kraftflussdichte im „Luftspalt“, d. h. in den Elektrodensystemen, möglichst groß. Die Elektrodensysteme sind gemeinsam an eine leicht abnehmbare und auswechselbare Stromdurchführung in der Pumpengehäusewand angeschlossen. Auch die Elektrodensysteme sind bei größeren Pumpen auswechselbar; sie können nach Verbrauch des zerstäubbaren Titans der Kathoden gegen neue Systeme ausgetauscht werden.

Ein Netzgerät versorgt die Pumpe mit Hochspannung, üblicherweise 3 kV–7 kV. Um die Pumpe vor Überlastung zu schützen, wenn der Entladungsstrom proportional zum Druck ansteigt (Abb. 2), ist eine Strombegrenzung erforderlich. Sie wird meist durch Verwendung eines Streutransformators erreicht. Spannung und Entladungsstrom können durch im Netzgerät eingebaute Messinstrumente gemessen werden. Für die Stromstärke ist in der Regel ein logarithmischer Messbereich vorhanden, wobei die Anzeige in Druckeinheiten kalibriert ist, analog zum Penning-Ionisationsvakuummeter.

2.3 Saugvermögen

Wie in Gl. 6 abgeleitet, ist das Saugvermögen von Ionenerständerpumpen leicht vom Druck abhängig und erreicht im Druckbereich von etwa 10^{-4} Pa (10^{-6} mbar) ein flaches Maximum (Abb. 4).

Der Verlauf der Saugvermögenskurve ist in erster Linie durch die verschiedenen Entladungsformen bestimmt, die in der Penningentladung beim Durchlaufen des über viele Zehnerpotenzen gehenden Druckbereichs auftreten [4]. Der Wert des Saugvermögens ändert sich außerdem mit der Betriebsdauer der Pumpe. Er hängt von der Gasbeladung der Oberflächen ab. Nach längerem Betrieb wird das Saugvermögen kleiner, nach einem Ausheizen („Regenerieren“) der Pumpe wieder größer. Die Sättigung erfolgt naturgemäß langsamer, wenn die Pumpe nur im UHV-Bereich ($p < 10^{-5}$ Pa) arbeitet. Bei sehr kleinen Drücken, in der Nähe des Enddrucks der Pumpe, kann wiederum bereits eine geringe Sättigung eine relativ hohe Desorption – d. h. Abnahme des effektiven Saugvermögens – verursachen.

Das Saugvermögen der Ionenerständerpumpen ist von der Gasart abhängig. Man kann zwei Hauptgruppen von Gasen in Bezug auf das Saugvermögen unterscheiden:

1. Getterbare Gase, die durch Chemisorption gepumpt werden können, z. B. Stickstoff, Sauerstoff, Kohlenoxide, leichte Kohlenwasserstoffe, Wasserdampf. Für diese Gase ist das Saugvermögen nach Tab. 3 wesentlich größer als für die

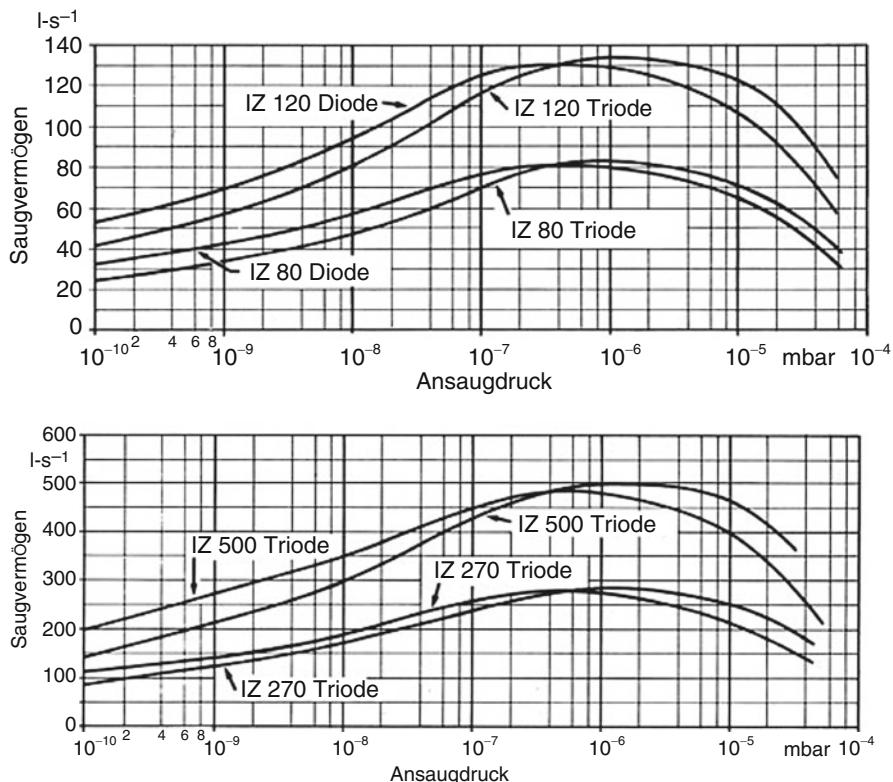


Abb. 4 Saugvermögen für Luft in Abhängigkeit vom Ansaugdruck von Ionenerstüberpumpen verschiedener Größe

anderen. In Tab. 3 ist das Saugvermögen auf den Wert für Luft bzw. Stickstoff bezogen. Die Unterschiede röhren daher, dass sowohl die Ionisierungswahrscheinlichkeit in der Gasentladung als auch die Haftwahrscheinlichkeit auf der Getterschicht für die Gasteilchen verschieden groß sind. Außerdem wirken sich die verschiedenen Zerstäubungsraten der Ionen an der Kathodenoberfläche aus.

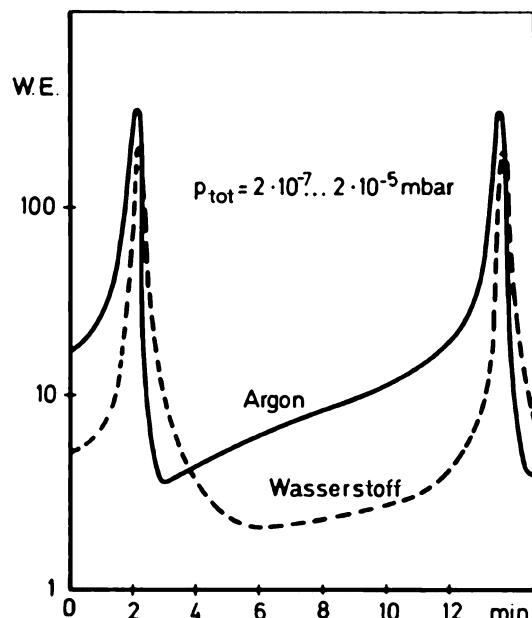
2. Gase, die allein durch Ionenimplantation gepumpt werden, insbesondere die Edelgase. Das Saugvermögen der Ionenerstüberpumpe für Edelgase ist deshalb kleiner als für die anderen Gase. Außerdem nimmt es nach relativ kurzer Betriebsdauer ab, weil die beiden Vorgänge Ionenimplantation und Kathodenzerstäubung in der Penningzelle (Abb. 1) gegensinnig arbeiten. Eine kleine Änderung in der Raumladung in einer oder mehrerer der Penningzellen kann zur Folge haben, dass neue Teile der Kathode bombardiert werden, wo zuvor Gase nur gegetttert wurden. Die befreiten Gasteilchen erhöhen den lokalen Druck, so dass die Bombardierung dort noch verstärkt wird und eine positive Rückkopplung entsteht. Dadurch treten sogenannte Edelgasinstabilitäten auf, kurz dauernde Anstiege des Drucks um bis zu zwei Zehnerpotenzen, mit einer Periodizität von

Tab. 3 Saugvermögen der Ionenerstüberpumpen für verschiedene Gase, bezogen auf das Saugvermögen für Luft (Richtwerte)

Gasart	Diodenpumpe	Triodenpumpe ^a
Luft	1	1
Stickstoff	1	1
Sauerstoff	1	1
Wasserstoff	1,5–2	1,5–2
Kohlenmonoxid	0,9	0,9
Kohlendioxid	0,9	0,9
Wasserdampf	0,8	0,8
Leichte Kohlenwasserstoffe	0,6–1	0,6–1,2
Argon	0,03	0,25
Helium	0,1	0,3

^aAbschn. 2.5

Abb. 5 Edelgasinstabilität beim Pumpen von Argon. Ordinate: Partialdruck in willkürlichen Einheiten, logarithmisch geteilt, Abszisse: Zeit



einigen bis vielen Minuten am Anfang des Pumpenbetriebs. Später, wenn die Elektroden sich erwärmt haben, erfolgen sie mit einer Periodizität von Bruchteilen von Minuten bis zu mehreren Sekunden. Abb. 5 zeigt zwei derartige Ausbrüche. Man erkennt, dass dem Anstieg des Argonpartialdrucks jeweils ein Anstieg des Wasserstoffpartialdrucks mit einer zeitlichen Verschiebung von einigen Sekunden folgt. Im stationären Betrieb der Pumpe bei kleinen Drücken ist das Saugvermögen für Wasserstoff S_{H_2} etwa 1,5- bis 2-mal so groß wie das Saugvermögen für Luft, im Druckbereich $p > 5 \cdot 10^{-5} \text{ Pa}$ hingegen kann S_{H_2} erheblich abnehmen. Dieser Effekt kann ebenso wie die Wasserstoffausbrüche

durch die Erwärmung der Elektroden bei großen Entladungsstromstärken (starkes Ionenbombardement!) erklärt werden. Wasserstoff hat in Titan einen großen Diffusionskoeffizienten und eine große Löslichkeit (vgl. Tab. 4 und Beispiel 4 ► Abschn. 3 in Kap. 20, „Passive Sorptionspumpen“). Bei Temperaturerhöhung diffundiert daher Wasserstoff an die Oberfläche und desorbiert.

Zum Wasserstoffpumpen sei noch eine Bemerkung angefügt. Damit vom Gettermaterial aufgenommen werden kann, muss es zunächst in 2 H-Atome dissoziieren, denn nur etwa 2,5 % des Wasserstoffs werden in einer Penningentladung dissoziiert. Zur Dissoziation müssen geeignete Oberflächenplätze (Aktivierungsplätze) zur Verfügung stehen, die die Aktivierungsenergie zur Dissoziation so weit herabsetzen, dass sie tatsächlich geschieht. Wenn jedoch die Oberfläche der Kathode durch TiN oder Ti-Oxide kontaminiert ist, gibt es nur wenige geeignete „Aktivierungsplätze“ und die Dissoziation von H_2^+ ist unterdrückt. Die Aktivierungsplätze werden durch Kathodensputtern gebildet. Da H_2 selbst eine niedrige Sputterrate hat, kann es beim Pumpen von H_2 mit Ionenerständerpumpen zuweilen lange dauern, bis die Oberfläche rein ist. Man wird in diesem Falle ein kontinuierliches Ansteigen des Saugvermögens der Pumpe für H_2 feststellen.

2.4 Die differenzielle Diodenpumpe

Der im letzten Abschnitt beschriebene Effekt der Edelgasinstabilität kann durch eine einfache Maßnahme beseitigt werden, indem man eine der beiden Titan-Kathoden durch eine Tantal-Kathode ersetzt [11]. Tantal ist ein sehr hartes Material großer Massenzahl, wodurch auftreffende Edelgasatome mit sehr viel größerer Energie als Neutralteilchen reflektiert werden als von Titan. Die kinetische Energie reflektierter Argonatome ist, abhängig vom Reflexionswinkel, bis zu 50-mal größer als bei Titan [12, 13] und beträgt etwa 50 % der Einfallsenergie. Dadurch werden die Edelgasatome so tief in die Anode oder gegenüberliegende Kathode implantiert, dass sie im Laufe der Lebensdauer einer Ionenerständerpumpe daraus nicht mehr befreit werden. Dieser Typ einer Ionenerständerpumpe in Diodenanordnung wird differenzielle Diodenpumpe (DIP, Differential Ion Pump) genannt. Die Getterwirkung von Tantal ist allerdings im Vergleich zu Titan geringer.

Das Saugvermögen reduziert sich somit etwas gegenüber einer konventionellen Diodenpumpe. Zusätzlich zur Edelgasstabilisierung wird jedoch auch das Saugvermögen für Edelgase auf etwa 25 % des Saugvermögens für Stickstoff erhöht (gegenüber etwa 5 % bei der konventionellen Diodenpumpe). Der Erfolg dieser Diodenanordnung machte klar, dass die in Abschn. 2.1 beschriebene Implantation von Neutralteilchen zumindest bei den Edelgasen einen der wesentlichen Pumpmechanismen darstellt. Die Erfinder der Pumpe, Tom und James [11], versuchten ursprünglich das höhere Saugvermögen und die Stabilität für Edelgase damit zu erklären, dass die Sputterrate (Zerstäubungsrate) für die beiden Materialien unterschiedlich sei, weswegen auch der Name der Pumpe gewählt wurde. In diesem Fall würden die Edelgase vor allem in der Tantal-Kathode mit der niedrigeren Sputterrate

eingeschlossen werden, weil dort netto mehr Titanatome von der gegenüberliegenden Kathode auftreffen, als Tantalatome diese verlassen. Es stellte ich jedoch bald heraus, dass die beiden Sputterraten praktisch gleich waren [13] und das Modell der Erfinder nicht richtig sein konnte. Der Name jedoch blieb.

Es gab auch Modifikationen der Kathodenzusammenstellung, indem einzelne Pillen für jede Penningzelle eingesetzt wurden [14], Titan mit Tantal gemischt wurde, oder eine 1 mm dicke, gelöcherte Tantal Platte über die Titan-Kathode gelegt wurde [15]. Neuerdings bietet ein kommerzieller Pumpenhersteller eine variable Gestaltung des Ti/Ta-Verhältnisses an. Zu beachten ist dabei jedoch, dass eine Penningzelle mit Ti-Kathodenmaterial an beiden Enden als einzelne Zelle immer das Risiko einer Argon-Instabilität in sich trägt.

2.5 Die Triodenpumpe

Eine wesentliche Vergrößerung des Saugvermögens von Ionenerstüberpumpen für Edelgase und eine bessere zeitliche Konstanz erzielt man mit einer sogenannten Trioden-Anordnung [16–18] wie sie in Abb. 6 dargestellt ist. Die Kathoden K sind hier nicht massive Platten, sondern haben einen gitterförmigen Aufbau. Hinter K sitzt eine Auffängerplatte F, die auf Anodenpotenzial liegt. Da meist die innere Wand des Vakuumgehäuses als diese „dritte Elektrode“ dient, müssen A und F auf Erdpotenzial gelegt werden. Die Entladung in einer solchen Anordnung brennt nur im Raum des Anodenzyinders und hat die gleiche Form wie in der Diodenpumpe. Zwischen K und F ist die Entladung „behindert“.

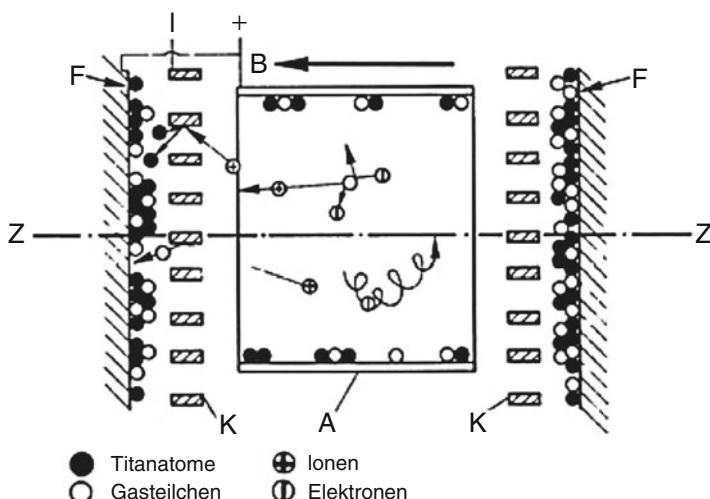


Abb. 6 Schematische Darstellung der Pumpwirkung einer als Triode aufgebauten Entladungszelle: K Kathoden, als Gitter ausgebildet; A Anode; F Auffänger; Z Achse der Anode; B Magnetfeld

Die aus der Entladung auf die Kathode beschleunigten Ionen treffen bei dieser Anordnung hauptsächlich streifend (unter großem Einfallswinkel) auf die Kathodenoberfläche (vgl. Abb. 6). Dabei dringen sie nur wenig in diese ein, bewirken aber dennoch eine gewisse Zerstäubung des Kathodenmaterials (Titan), so dass sich auf F (und in geringerem Maße auf A) ein Getterfilm niederschlagen und die damit verbundene Gasaufzehrung eintreten kann.

Bei dieser streifenden Reflexion verlieren die Ionen mit großer Wahrscheinlichkeit [19] ihre Ladung (sie nehmen ein Elektron auf), ihre kinetische Energie vermindert sich jedoch relativ wenig, so dass sie auf F treffen und implantiert werden können (wichtig für das Pumpen der Edelgase [20]). Ionen, die ihre Ladung nicht verloren haben, können nicht gegen das elektrische Feld zwischen K und F anlaufen, sie kehren um und haben erneut die Chance, auf K aufzutreffen und zu zerstäuben. Die Anordnung bewirkt eine hohe Zerstäubungsrate an K und damit große Getterwirkung, aber eine geringe Zerstäubungsrate an F (auch die Neutralteilchen können zerstäuben, wegen des beim entladenden Stoßes an K erlittenen Verlustes an kinetischer Energie aber weniger), so dass die implantierten Teilchen mit viel kleinerer Wahrscheinlichkeit wieder freigesetzt werden.

Beide Effekte zusammen bewirken, dass das auf Stickstoff bezogene Saugvermögen für Edelgase bei Triodenpumpen 20 %–30 % beträgt gegenüber 1 %–10 % bei Diodenpumpen (vgl. Tab. 3).

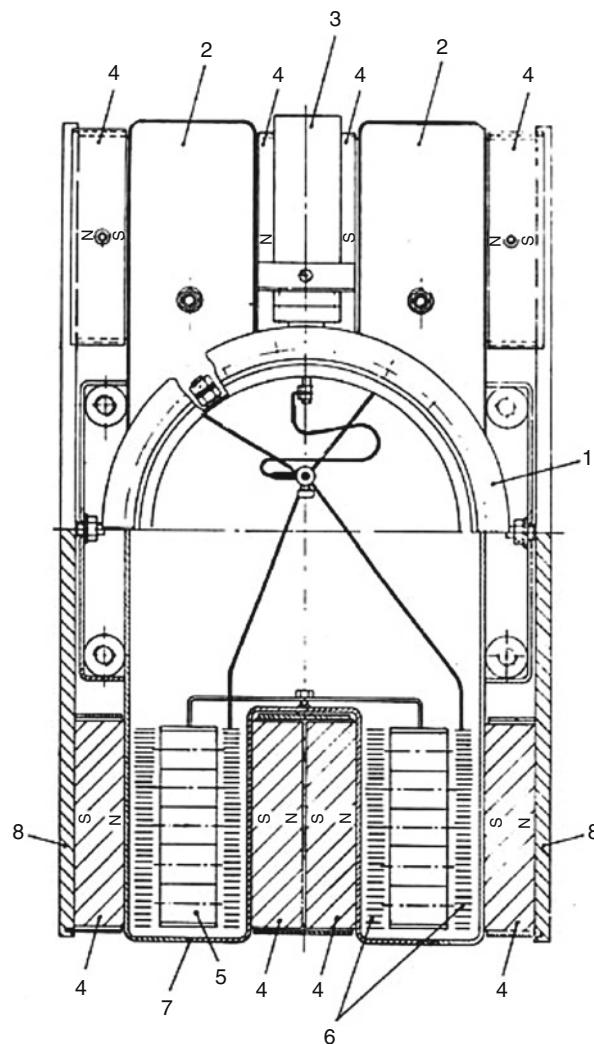
Analog zur Diodenpumpe werden mehrere Triodenzenellen zu kompakten Elektrodenräumen zusammengebaut, die wie bei der Diodenpumpe sogenannte Taschen bilden, zwischen denen die Permanentmagnete angeordnet sind (Abb. 7). Ionenerzräuberpumpen nach dem Dioden- und Triodenprinzip sind äußerlich nicht unterscheidbar. Abb. 8 stellt eine serienmäßig hergestellte Ionenerzräuberpumpe DAR mit einem Nennsaugvermögen von 500 L/s, das sich stets auf Luft bzw. Stickstoff bezieht (Abb. 4). Das Saugvermögen beträgt bei der Diodenausführung dieser Pumpe für Argon bzw. Helium 5 L/s bzw. 50 L/s, bei der Triodenausführung 125 L/s bzw. 150 L/s. In Triodenausführung beträgt der Startdruck (siehe Abschn. 2.8) 1 Pa und ist damit um eine Zehnerpotenz größer als bei der Diodenausführung.

Die Fertigung einer Triodenpumpe war wegen der Montage der Kathodengittereinheit sehr aufwändig und teuer. Jeder einzelne Ti-Kathodenstreifen musste auf den Kathodenrahmen von Hand montiert werden. Die StarCell®-Triodenpumpe (Abb. 9) von Varian [21] beseitigte dieses Kostenproblem. Darüber hinaus beseitigte sie auch ein Betriebsproblem von Triodenpumpen, die beim Pumpen von Wasserstoff oder Wasserdampf bei höherem Druck oft wegen Kurzschlüssen zwischen Anode und Kathode ausfielen oder sich stark aufheizten [18], da sie ja elektrisch und somit auch thermisch vom Pumpenkörper isoliert sind. Die Kathodenoberfläche ist in der StarCell®-Pumpe stark vergrößert, so dass das Auftreten dieser Probleme verringert wurde.

2.6 Lineare Zerstäuberpumpen (Distributed ion pump)

Die Effektivität lokaler Pumpen ist bei den langen Rohren der Hochenergiebiegeschleuigner wegen des Leitwerts der Rohre beschränkt. Eine lineare Pumpe dagegen, die überall entlang des Rohres pumpen kann, saugt die Gase in unmittelbarer

Abb. 7 Schematische Darstellung des Aufbaus einer Ionenerst  berpumpe nach dem Triodenprinzip, von oben gesehen. Obere Bildh  lfte: Draufsicht; 1 Hochvakuumflansch; 2 Elektrodentaschen; 3 Stromzuf  hrung; 4 Permanentmagnete. Untere Bildh  lfte: Schnittbild; 4 Permanentmagnete; 5 Anoden A im Rahmen; 6 Kathodengitter; 7 Auff  nger F, gleichzeitig Teil des nichtmagnetischen Pumpengeh  uses; 8 Magnetjoch



N  he ihres Entstehungsort (Photodesorption) ab [22–24]. Ionenerst  berpumpen k  nnen als solche lineare Pumpen verwendet werden, indem die Penningzellenmodule entlang des Rohres verteilt werden. Dar  ber hinaus kann das Magnetfeld der Ablenk magneten f  r den Betrieb der Penningzellen mit benutzt werden. Abb. 10 zeigt den Querschnitt des Beschleunigerrohres des DESY Elektron-Speicherrings.

2.7 Restgasspektrum

Abb. 11 zeigt ein f  r Ionenerst  berpumpen typisches Restgasspektrum. Hauptbestandteil des Restgases sind Wasserstoff aus den Metallw  nden, Kohlenmonoxid

Abb. 8

Ionenzerstäuberpumpe IZ 500 bzw. IZ 500D (Diode).
 Hauptabmessungen in mm:
 Breite 408, Tiefe 480, Höhe
 (ohne Verschlussflansch) 436.
 Ausheiztemperaturen: mit
 Magnet 350 °C, ohne Magnet
 450 °C. Acht
 Elektrodensysteme. Gewicht
 135 kg

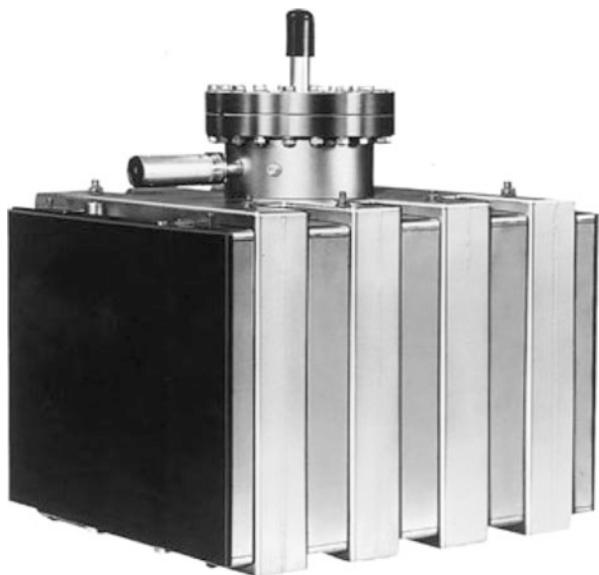


Abb. 9 Kathode der StarCell®-Triodenpumpe von Varian. StarCell® ist ein Patent und geschützter Handelsname der Firma Varian:

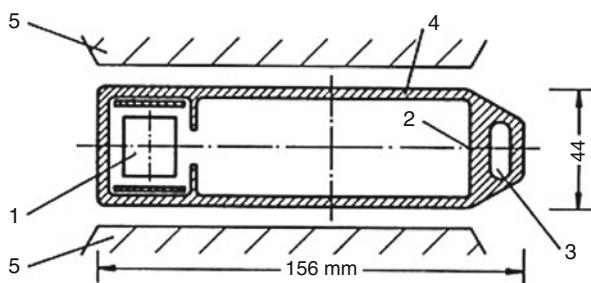
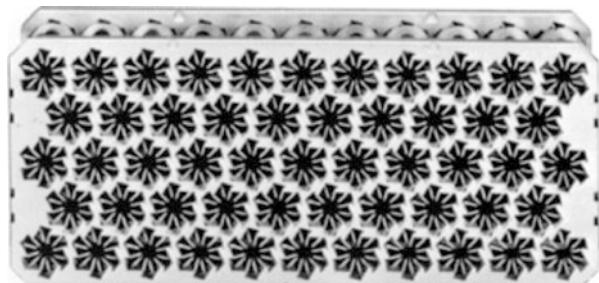


Abb. 10 Querschnitt eines Speicherringrohrs mit linearer Ionizerstäuberpumpe (IZ-Pumpe, Diode) am DESY: 1 Ionizerstäuberpumpe (Diode); 2 Strahlungsabsorber für Synchrotronstrahlung; 3 Kühlmittelkanal; 4 Vakuumkammer; 5 Strahlführungsmagnet

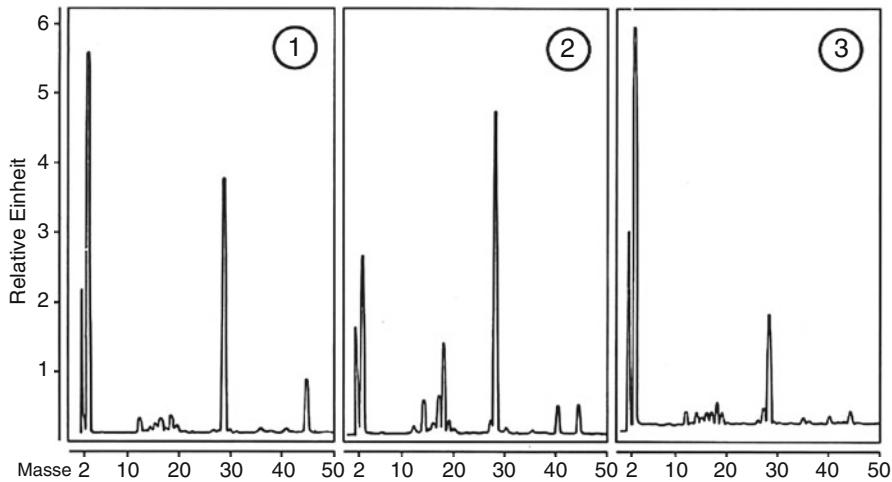


Abb. 11 Restgasspektrum einer Ionenerstäuberpumpe vom Triodentyp. 1 Einlass von Luft, Pumpe nicht ausgeheizt; $p_{\text{tot}} = 8,6 \cdot 10^{-8}$ Pa. 2 Einlass von 40 kPa L Luft und 370 Pa L Argon. Pumpe nicht ausgeheizt, $p_{\text{tot}} = 1 \cdot 10^{-7}$ Pa. 3 wie 2, aber nach mehrstündigem Ausheizen der Pumpe bei 300°C . $p_{\text{tot}} = 7,4 \cdot 10^{-8}$ Pa

und Kohlendioxid sowie Methan, das aus Wasserstoff und den Kohlenstoffoxiden in der elektrischen Entladung gebildet wird.

Reich [25] und Lichtman [26] wiesen jedoch darauf hin, dass Kohlenstoff auch als Verunreinigung in Ti-Metallen enthalten ist und eine Ionenerstäuberpumpe dadurch selbst Methan bilden kann. Das Restgasspektrum ändert sich bei zunehmender Sättigung der Pumpe.

Hierbei tritt der so genannte „Erinnerungseffekt“ auf [20, 27]. Im Spektrum findet man Gase, die früher einmal von der Pumpe sorbiert wurden – auch dann, wenn die Pumpe inzwischen an einen ganz anderen Behälter angeschlossen wurde, der das fragliche Gas nicht enthält. Selbst durch Ausheizen ist der Partialdruck dieser Gase häufig nicht unter die Nachweisgrenze zu bringen. Der Erinnerungseffekt hängt mit dem Wiederfreiwerden von „begrabenen“ Gasteilchen bei Erwärmung oder Zerstäubung des Elektrodenmaterials zusammen und ist für Edelgase besonders groß. „Erinnerungsvermögen“ und Edelgasinstabilitäten werden in der Triodenpumpe stark reduziert.

2.8 Arbeitstechnik

Ionenerstäuberpumpen werden zum Erzeugen kohlenwasserstoffarmen Vakuums eingesetzt. Zwar können insbesondere Triodenpumpen auch Öldämpfe abpumpen, doch ist die Verwendung von Dioden oder Triodenpumpen an Vakuumssystemen, die Öldämpfe enthalten, nicht wirtschaftlich. Diodenpumpen können nämlich durch

Verunreinigung mit Öldämpfen stark in ihrer Funktion beeinträchtigt werden: Sie starten langsamer und weisen vermindertes Saugvermögen auf.

Ionenzerstäuberpumpen erfüllen die Forderung nach sehr hoher Betriebssicherheit. Die Pumpe bildet mit dem Vakuumbehälter eine nach außen völlig abgeschlossene Einheit, in die auch bei Aussetzen der Pumpe (z. B. durch Stromausfall oder Kurzschluss) keine Luft eindringen kann. Hohe Umgebungstemperatur, radioaktive Strahlung und starke magnetische Streufelder beeinträchtigen die Funktion der Pumpe kaum.

Ionenzerstäuberpumpen benötigen nur ein einziges Hochspannungskabel, aber keine weiteren Versorgungsleitungen. Über dieses Kabel kann auch über weite Entfernungen die Funktion überprüft und die Pumpe ein- und ausgeschaltet werden (z. B. Fernbedienung bei Teilchenbeschleunigern). Wegen ihrer Vibrationsfreiheit sind Ionenzerstäuberpumpen auch an vibrationsempfindlichen Messapparaturen einsetzbar. Verglichen mit anderen UHV-Pumpen (Turbopumpen, Kryopumpen) haben sie auch das beste Verhältnis von Stromenergieverbrauch zu Saugvermögen.

Stören können das magnetische Streufeld der Pumpe sowie die Emission von ionisierten und neutralen Teilchen (Titan) und von weicher Röntgenstrahlung aus der Gasentladung. Diese Strahlung kann die Anzeige z. B. von Massenspektrometern und Ionisationsvakuummetern beeinflussen. Nachteilig ist auch das hohe Gewicht der Ionenzerstäuberpumpen, vor allem aber ihre begrenzte Einsatzfähigkeit bei Drücken $>10^{-2}$ Pa. Zwar können kurzfristige Druckanstiege von der Pumpe bewältigt werden, bei längerem Betrieb im Bereich $>10^{-2}$ Pa nimmt aber die Ausgabung infolge Erwärmung der Elektroden überhand. Bevorzugter Druckbereich bei Dauerbetrieb ist daher $p < 1$ mPa.

Ionenzerstäuberpumpen dürfen erst eingeschaltet werden, wenn ein gewisser Startdruck unterschritten wird. Dieser beträgt bei Diodenpumpen $0,1$ Pa (10^{-3} mbar), bei Trioden liegt er bei 1 Pa (10^{-2} mbar). Zum Auspumpen des Vakuumsystems auf den Startdruck verwendet man nach Möglichkeit „trockene“ Pumpen, die ölfreies Vakuum erzeugen. In der Regel werden Turbomolekularpumpen zum Vorevakuieren benutzt, insbesondere dann, wenn die Vakuumkammern ein großes Volumen oder aus konstruktiven Gründen einen kleinen Leitwert des Pumpenan schlusses haben, so dass die Ionenzerstäuberpumpen längere Zeit im Druckbereich zwischen $0,5$ Pa und $5 \cdot 10^{-3}$ Pa arbeiten müssten. In diesem Fall wird mit der Turbomolekularpumpe bis zu etwa 10^{-2} Pa evakuiert. Nach Einschalten der Ionenzerstäuberpumpe lässt man beide Pumpen noch einige Zeit gleichzeitig arbeiten.

Der Start einer Ionenzerstäuberpumpe verläuft bei Dioden und Trioden unterschiedlich. Schaltet man bei 1 Pa die Hochspannung ein, entsteht eine Glimmentladung, die sich bei der Diodenpumpe im ganzen Pumpengehäuse und sogar in den Rezipienten hinein ausbreitet, weil die ganze Behälterwand auf Kathodenpotenzial liegt. Bei der Triodenpumpe hingegen ist die Kathode von der Anode vollständig umschlossen, so dass sich die Entladung von Anfang an auf den Raum zwischen den Elektroden beschränkt. Daher wird bei der Triode von Anfang an Titan zerstäubt, während bei der Diode der Zerstäubungsvorgang erst voll einsetzt, wenn die Entladung bei sinkendem Druck im Umfeld der Elektroden erloschen ist.

Als Magnete werden Bariumferrite verwendet, die mit zunehmender Temperatur einen reversiblen Feldstärkeverlust von 0,2 %/K aufweisen, über 350 °C jedoch einen irreversiblen Magnetisierungsverlust von 7 %/K erleiden. Mit Magneten dürfen diese Ionenerstääberpumpen somit auf keinen Fall über 350 °C erhitzt werden.

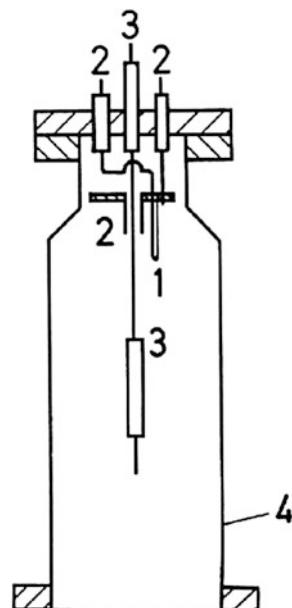
Ionenerstääberpumpen werden serienmäßig bis zu einem Nennsaugvermögen von etwa 500 L/s gebaut. Sie werden als Einzelpumpen und in Vakuumanlagen verhältnismäßig kleiner Abmessungen (z. B. Vakuum-Aufdampfanlagen, Zonenschmelzanlagen) verwendet, in Großanlagen immer dann, wenn das Vakuumgefäß auf Grund seiner Geometrie die Verwendung einer großen Anzahl kleinerer Pumpen statt einer einzigen sehr großen erfordert (z. B. Teilchenbeschleuniger, Speicherringe).

3 Die Orbitronpumpe

Die Orbitronpumpe (Abb. 12) ist eine Iongetterpumpe, bei der die Energie der zur Ionisierung verwendeten Elektronen gleichzeitig zur Verdampfung von Gettermaterial verwendet wird. Zwischen dem zylinderförmigen Vakuumgehäuse als Kathode (Erdpotenzial) und einer stabförmigen Anode in der Gehäuseachse wird ein radiales elektrisches Feld erzeugt.

Elektronen aus einer Glühkathode, die sich zwischen Kathodenzyylinder und Anode befindet, laufen in dieser Feldanordnung viele Male auf Rosettenbahnen (engl. „orbits“) um die Anode, bevor sie auf deren Oberfläche treffen. Auf ihrer

Abb. 12 Schematische Darstellung der Orbitronpumpe [28]:
1 Glühkathode mit Abschirmung gegen Anodenzuführung;
2 Abschirmung auf Kathodenpotenzial; 3 Anode mit Titankörper; 4 Gehäuse auf Kathodenpotenzial



auf diese Weise stark verlängerten Bahn können die Elektronen mehrmals mit Gasteilchen zusammenstoßen und diese ionisieren. Die Ionen fliegen durch Einwirkung des elektrischen Feldes auf die Gehäusewand und werden in der dort aufgedampften Getterschicht implantiert.

Die Getterschicht wird mit Hilfe einer Verdampferquelle erzeugt, wobei die Quelle je nach Bauart der Pumpe entweder – selten – unabhängig oder – meist – durch den Beschuss mit den ionisierenden Elektronen geheizt wird. Im letzteren Fall ist die Verdampferquelle mit der Anode der Ionisierungsvorrichtung kombiniert: Auf der stabförmigen Anode ist ein Titankörper angebracht, der durch den Aufprall der Elektronen erhitzt wird und verdampft (Abb. 12).

Die Pumpwirkung mit Hilfe dieser Art der Ionisierung von Gasteilchen ist allerdings gering. Dies kommt in dem relativ geringen Saugvermögen für Edelgase zum Ausdruck, das nur wenige Prozent vom Stickstoff-Saugvermögen beträgt. In dieser Hinsicht ist eine Kombination aus einer einfachen Getterpumpe mit einer zusätzlichen Ionizerstäuberpumpe oder Turbomolekularpumpe überlegen. Ein wichtiger Vorzug ist jedoch, dass Orbitronpumpen im Gegensatz zu den Ionizerstäuberpumpen kein Magnetfeld benötigen, wodurch sie für einige Anwendungen gut geeignet sind.

In jüngster Zeit sind miniaturisierte Orbitronpumpen [29, 30] ins Gespräch gebracht worden, um MEMS-Bauteile (Mikro-Elektrisch-Mechanische Systeme) zu pumpen.

Literatur

1. Hall, L.D.: Electronic ultra-high vacuum pump, Rev. Sci. Instr. **29**, 367–370 (1958)
2. Penning, F.M.: Ein neues Manometer für niedrige Gasdrücke, insbesondere zwischen 10^{-3} und 10^{-5} mm Physica IV **2**, 71–75 (1937); Philips Techn. Rundschau **2**, 201–208 (1937)
3. Knauer, W.: Mechanism of the Penning discharge at low pressures J. Appl. Phys. **33**(6), 2093–2099 (1962)
4. Schuurman, W.: Rijnhuizen-Report 66–28 , Universität Utrecht (1966)
5. Bond, G.C.: Catalysis by Metals, S. 69. Academic Press, New York (1962)
6. Winters, H.F., Horne, D.E., Donaldson, E.E.: Absorption of gases by electron impact. J. Chem. Phys. **41**, 2766 (1964)
7. Rutherford, S.L.: Sputter ion pump for low pressure operation. Proc. 10th Nat. AVS Symposium 1963, S. 185. Macmillan Company, New York (1964)
8. Singleton, J.H.: Hydrogen pumping speed of sputter ion pumps. J. Vac. Sci. Technol. **6**, 316 (1969)
9. Henning, H.: Proc. 8. Intern. Vac. Congress, Cannes 1980, Suppl. Rev., „Le Vide“, Nr. 201, 143–146 (1980)
10. Reikhrudel, E.M., Smirnitskaya, G.V., Burnisenica, G.V.: Ion pump with cold electrodes and its characteristics. Radiotekh. Electron **2**, 253 (1956)
11. Tom, T., James, B.D.: Inert gas ion pumping using differential sputter yield cathodes. J. Vac. Sci. Technol. **6**, 304 (1969)
12. Jepsen, R.L.: The physics of sputter-ion pumps, Proc. 4th Int. Vac. Congr, Bd. 1, S. 317. London (1968)
13. Welch, K.M.: Capture Pumping Technology, S. 103 ff. Pergamon Press, Oxford (1991)
14. Baechler, W., Henning, H.: Proc. 4th Int. Vac. Congr, Bd. I, S. 365. London (1968)
15. Komiya, S., Yagi, N.: Enhancement of noble gas pumping for a sputter-ion pump J. Vac. Sci. Technol. **6**, 54 (1969)
16. Brubaker, W.M.: Transact. of the 6th Nat. Vac. Symp, S. 302–306. Pergamon Press (1959)

17. Vaumoran, J.A., Biasio, M.P.: Argon and rare gas instability with heavy metal cathode penning pumps. *Vacuum* **20**, 109–111 (1970)
18. Singleton, J.H.: Hydrogen pumping by sputter-ion pumps and getter pumps. *J. Vac. Sci. Technol.* **8**, 275–282 (1971)
19. Oechsner, H.: Zum Einfluß des Beschlußwinkels bei der Festkörperzerstäubung im niederenergetischen Bereich. *Z. Naturf.* **21a**, 859 (1966)
20. Bance, U.R., Craig, R.D.: Some characteristics of triode ion pumps. *Vacuum* **16**, 647–652 (1966)
21. Pierini, M., Dolieno, L.: A new sputter-ion pump element. *J. Vac. Sci. Technol. A* **1**, 140 (1983)
22. Cummings, U., et al.: Vacuum system for the Stanford storage ring, SPEAR. *J. Vac. Sci. Technol.* **8**, 348 (1971)
23. Pingel, H., Schulz, L.: Proc. 8. Intern. Vac. Congress, Cannes, Suppl. Rev., „Le Vide“, Nr. 201, 147–150 (1980)
24. Blechschmidt D., et al.: Proc. 8. Intern. Vac. Congress, Cannes, Suppl. Rev., „Le Vide“, Nr. 201, 159–163 (1980)
25. Reich, G.: Investigation of titanium sheets for sputter ion pumps. *Suppl. Al Nuovo Cimento* **1**, 487 (1963)
26. Lichtman, D.: Hydrocarbon formation in ion pumps. *J. Vac. Sci. Technol.* **1**, 23 (1964)
27. Henning, H.: Der Erinnerungseffekt für Argon bei Trioden-Ionenzersetzungspumpen. *Vakuum-Technik* **24**, 37–43 (1975)
28. Douglas, R.A., Zabritski, J., Herb, R.G.: Orbitron vacuum pump. *Rev. Sci. Instrum.* **36**, 1–6 (1965)
29. Europäisches Patent EP 000001403903A2, Erfinder: H. Koops, Orbitronpumpe, veröffentlicht 2004-03-31 (2004)
30. Grzebyk, T., Górecka-Drzazga, A.: Field-emission electron source for vacuum micropump. *Vacuum* **86**, 39–43 (2011)

Weitere, nicht zitierte, Literatur

- Jepsen R.L.: The physics of sputter ion pumps, Proc. of the Fourth Intern. Vac. Congress, Manchester, IOP conference series No. 5, London, S. 317–324 (1969). Europäisches Patent EP000001403903A2, Erfinder: H. Koops, Orbitronpumpe, veröffentlicht 2004-03-31 (2004)
- Audi, M., de Simon, M.: Ion pumps. *Vacuum* **37**, 629–636 (1987)
- Audi, M., et al.: A new ultrahigh vacuum combination pump. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 2587–2590 (1987)
- della Porta, P.: *J. Vac. Sci. Technol.* **9**, 532–538 (1972)



Kryotechnik und Kryopumpen

22

Christian Day

Zusammenfassung

In diesem Kapitel lernen Sie die physikalischen und technischen Grundlagen der Kälteerzeugung kennen und wie diese für die Vakuumtechnik mittels Kryopumpen genutzt werden kann. Die Funktionsweise und die physikalischen Arbeitsprinzipien von Kryopumpen (Kondensation und Sorption) werden vorgestellt. Hinweise und Richtlinien zur eigenen Auslegung von Kryopumpen werden abgeleitet. Die wichtigsten Aspekte für den Betrieb von Kryopumpen sind in einem eigenen Kap. 23, „Kenngrößen und Anwendungen von Kryopumpen“ zusammengefasst.

1 Einleitung

„Kryo“ ist von dem griechischen Wort *kryos*: „kalt“ abgeleitet. Kryotechnik heißt somit Kältetechnik. Obwohl man unter „Kälte“ im Allgemeinen Temperaturen unter der Umgebungstemperatur versteht, ist man übereingekommen, nur die Kältetechnik im Temperaturbereich $T < 120$ K als Kryotechnik zu bezeichnen.

Zwischen der Kryotechnik und der Vakuumtechnik besteht eine Wechselbeziehung:

- Vakuum ist zur Wärmeisolation bei der Anwendung tiefer Temperaturen im Kryobereich unentbehrlich. Je tiefer die Arbeitstemperatur ist, desto wichtiger ist die Güte der Wärmeisolation. In ein gekühltes, vakuumisoliertes System gelangt Wärme von außen durch Wärmestrahlung, Wärmeleitung des Gases im Vakuumraum und Wärmeleitung über feste Verbindungen zwischen Teilen mit

C. Day (✉)

Karlsruher Institut für Technologie KIT, Karlsruhe, Deutschland

E-Mail: christian.day@kit.edu

verschiedener Temperatur. Wenn die mittlere freie Weglänge der Gasmoleküle größer als die Gefäßdimensionen wird, was im Feinvakuumbereich der Fall ist, nimmt die Wärmeleitfähigkeit des Gases linear mit dem Druck ab (vgl. ► Kap. 4, „[Transporteigenschaften von Gasen](#)“) und wird bei Drücken im Hochvakuumbereich gegenüber den anderen Wärmetransportvorgängen vernachlässigbar. Diese Vakuumdrücke sollten also für eine effektive Isolation mindestens erreicht werden. Um die dafür erforderlichen niedrigen Leckraten zu ermöglichen, werden in der Kryotechnik die von der Hochvakuum- und Ultrahochvakuumtechnik bekannten Konstruktionsprinzipien angewendet.

- Andererseits können tiefe Temperaturen zur Erzeugung von Vakuum dienen. Bei hinreichend tiefen Temperaturen gehen alle Gase in eine flüssige bzw. feste Phase mit entsprechend niedrigem Dampf- bzw. Sublimationsdruck über. Die Teilchen verschwinden aus der Gasphase und der Gasdruck nimmt entsprechend ab. Das thermische Prinzip ist die direkteste Art, Vakuum zu produzieren, ganz ohne bewegte Teile.

Im Laufe ihrer Entwicklung haben die beiden Arbeitsgebiete einander immer wieder Impulse gegeben. Erst die Anwendung von Vakuum zur Wärmeisolation machte die Verflüssigung von Wasserstoff und Helium möglich. Später wurde die mit flüssigem Stickstoff gekühlte Dampfsperre ein unentbehrliches Zubehör für die Diffusionspumpe (► Kap. 18, „[Treibmittelpumpen](#)“). Für die Weltraumforschung wurden zur Simulation der Weltraumbedingungen und als Raketentreibstoff große Mengen verflüssigter Gase benötigt. Das führte zu beträchtlichen Fortschritten in der Kryotechnik und rückte die Anwendung der Kryopumpe auch für andere vakuumtechnische Zwecke in den Bereich des Möglichen. Wenig später löste die Ausweitung der Tieftemperaturforschung und die Einführung neuer, tiefe Temperaturen erfordernder Nachrichtenübertragungssysteme die Entwicklung von zuverlässigen Kältemaschinen unterschiedlicher Leistung aus. Sie stehen heute dem Vakuumtechniker als Kälteaggregate für Kryopumpen zur Verfügung.

Die technische Anwendung der Supraleitung, sei es für Generatoren, Kabel, Energiegewinnung, Energiespeicherung oder in der Hochfeldmagnettechnik und Kernfusion, stellt wiederum an die Vakuumtechnik und an die Kryotechnik große Aufgaben. Die für die supraleitenden Systeme geforderten langen Betriebszeiten und hohe Betriebssicherheit sind nur zu verwirklichen, wenn es gelingt, die Leckraten auch von kalten Dichtungen extrem klein zu halten und die ohnehin vorhandenen Kaltflächen in geeigneter Weise als Kryopumpe zu nutzen. Dazu ist ein tiefgehendes Verständnis der Vorgänge der Kondensation und Adsorption von Gasen bei tiefen Temperaturen unerlässlich. Der Erfolg mit Hochtemperatursupraleitern ist stark von der Verfügbarkeit geeigneter Kühltechnik abhängig [1].

2 Kühlverfahren

Zur Erzeugung tiefer Temperaturen im Bereich $T < 120$ K können verschiedene Kühlverfahren angewendet werden. Für Kryopumpen wird üblicherweise mit zwei Temperaturniveaus gearbeitet, nämlich etwa 5 K–20 K für die Tieftemperaturstufe

und etwa 50 K–80 K als Temperatur des thermischen Schildes, das benötigt wird, um den Einfall an thermischer Strahlung auf die Tieftemperaturfläche hinreichend klein zu halten.

Kommerzielle Kryopumpen sind heute fast ausschließlich mit einer eigenen Gas-kältemaschine ausgerüstet, die mit einem internen Arbeitsmedium, meistens Helium, im Kreislauf betrieben wird. Die Pumpe muss dazu lediglich mit einem Kompressor ausgerüstet werden und mit elektrischem Strom versorgt werden. Die Kryopumpe ist damit ähnlich einfach zu verwenden wie andere Hochvakuum-pumpen.

Darüber hinaus gibt es direkte Verfahren, in denen die zu kühlenden Flächen in speziellen Kryostaten unmittelbar in Kontakt mit siedenden Kältemitteln gebracht werden. Diese Technik ist komplex in der Handhabung, insbesondere, wenn es sich um flüssiges Helium handelt. Außerdem ist ein regelmäßiges und kontrolliertes Nachfüllen nötig, um Verdampfungsverluste auszugleichen.

2.1 Gaskälteverfahren

Um ohne flüssiges Kryogen zu kühlen, werden Kreisprozesse verwendet, in denen das verwendete Arbeitsgas eine periodische Zustandsänderung erfährt. Im Kreisprozess wird Arbeit aufgewendet, um Kälte zu produzieren, oder genauer, um einem gekühlten Objekt eine bestimmte Wärmemenge zu entziehen, so dass dieses bei einer tieferen Temperatur T unterhalb der Umgebungstemperatur T_u gehalten werden kann.

Das Verhältnis der aufzuwendenden Arbeit W zu der bei der Temperatur T von einer Kältemaschine aufgenommenen Wärme Q bezeichnet den Wirkungsgrad η der Maschine. Der theoretisch maximale Wirkungsgrad kann für den Fall des vollkommen reversiblen Idealprozesses, der als Carnot'scher Kreisprozess bekannt ist, direkt aus den beiden Temperaturniveaus berechnet werden:

$$\eta_{\text{Carnot}} = \frac{W}{|Q_{\text{Carnot}}|} = \frac{T_u - T}{T} \quad \text{Carnot-Wirkungsgrad} \quad (1)$$

Beim Carnot-Vergleichsprozess wird der größte mögliche Anteil der zugeführten Arbeit in Kälte umgewandelt. Die Formel veranschaulicht den zweiten Hauptsatz der Thermodynamik, der besagt, dass der Aufwand stark steigt, je tiefer die gewünschte kryogene Temperatur T ist. So sind für 1 W Kälteleistung bei 80 K mindestens 2,6 W mechanische Antriebsleistung nötig, während 1 W bei 4 K schon mindestens 72 W mechanische Antriebsleistung erfordert.

Typische Wirkungsgrade von realen Gaskälteanlagen liegen bei 80 K in der Größenordnung von nicht mehr als 10 % – 20 % des Carnot-Wirkungsgrades [2].

Als Leistungsziffer ε einer Kälteanlage bezeichnet man das Verhältnis von erzeugter Kälte zu dafür aufgewandter mechanischer Arbeit W ; das entspricht dem Kehrwert des Maschinewirkungsgrades η :

$$\varepsilon = \frac{1}{\eta} = \frac{|Q|}{W} \quad (2)$$

Im Gegensatz zur klassischen Kältetechnik, z. B. im Kühlschrank, wo der Kompressionskältekreislauf mit verdampfendem Kühlmittel zur Wärmeaufnahme eingesetzt wird, werden für Kryovakuumanwendungen bevorzugt Gaskältemaschinen eingesetzt, die dadurch charakterisiert sind, dass das Kältemittel stets deutlich oberhalb des 2-Phasengebietes vorliegt.

Die hier eingesetzten Kreisprozesse laufen kontinuierlich zwischen den beiden Temperaturniveaus, der Umgebungstemperatur und der tiefen Temperatur, und zwei Druckniveaus. Mit der Entspannung ist eine Temperaturerniedrigung verbunden. Die aufzuwendende Arbeit dient dazu, das entspannte Gas wieder zu verdichten. Im einfachsten Fall wird für die Expansion des Arbeitsgases ein Drosselventil verwendet, in dem die Entspannung ohne Abfuhr von Arbeit nach außen und idealisiert ohne thermischen Austausch mit der Umgebung erfolgt. Nach dem Satz von der Erhaltung der Energie (Erster Hauptsatz der Thermodynamik) bleibt der Energieinhalt des Systems somit konstant. Da für reale Gase der Energieinhalt eine Funktion von Druck und Temperatur ist, ist dies mit einer Temperaturänderung verbunden (Joule-Thomson-Effekt), bei idealen Gasen bleibt die Temperatur konstant.

Bei gegebenem Druck gibt es jedoch für jedes Gas eine Temperatur, bei der der Joule-Thomson-Effekt verschwindet. Sie wird als Inversionstemperatur T_{inv} bezeichnet. Oberhalb der Inversionstemperatur ist der Joule-Thomson-Effekt negativ, d. h., es tritt bei der Entspannung eine Erwärmung des Gases auf. Unterhalb der Inversionstemperatur ist der Joule-Thomson-Effekt positiv und das Gas kühlt sich ab. Die Inversionstemperatur ist druckabhängig (Inversionskurve $p(T_{\text{inv}})$). Um bei der Joule-Thomson-Entspannung die gewünschte Temperaturerniedrigung zu erreichen, muss das Wertepaar (p, T) vor dem Entspannungsventil unterhalb der Inversionskurve des betreffenden Gases liegen (Abb. 1).

Während bei der Stickstoffverflüssigung tiefe Temperaturen ausgehend von Raumtemperatur allein durch Joule-Thomson-Entspannung erreicht werden können, weil die Inversionskurve die Temperatur 293 K einschließt (vgl. Abb. 1c), müssen Wasserstoff und Helium vorgekühlt werden, z. B. durch Wärmeübertragung an tiefere Temperaturen. Helium, das klassische Arbeitsmedium in kryogenen Gas-kältemaschinen mit geschlossenem Kreislauf, muss auf Werte unterhalb der Temperatur von flüssigem Stickstoff vorgekühlt werden. Dies geschieht innerhalb des Kreisprozesses durch Wärmeübertragung zwischen dem kälteren Niederdruckgas und dem nachströmenden wärmeren Hochdruckgas. Dazu werden entweder Gegenstromwärmübertrager (Rekuperatoren) oder Regeneratoren verwendet. Während in Rekuperatoren das Hochdruckgas und das Niederdruckgas über eine gut wärmeleitende Wand in thermischem Kontakt miteinander stehen, strömen sie in Regeneratoren nacheinander durch ein und dasselbe System. Der Regenerator nimmt also abwechselnd Wärme auf und gibt sie wieder ab. Regeneratoren arbeiten sehr effizient auch bei kleinen treibenden Temperaturgefällen [3]. Durch die zeitliche Trennung der Entspannungs- und Verdichtungsvorgänge kommt man mit nur einem Regenerator aus und benötigt keine potentiell anfälligen Umschaltvorrichtungen.

Da keine Verflüssigung des Arbeitsgases erfolgt, kann auf der Kälteseite des Gasprozesses kein exakt konstantes, sondern lediglich ein gleitendes Temperaturniveau erzeugt werden. Bestehen höhere Anforderungen an die Temperaturkonstanz,

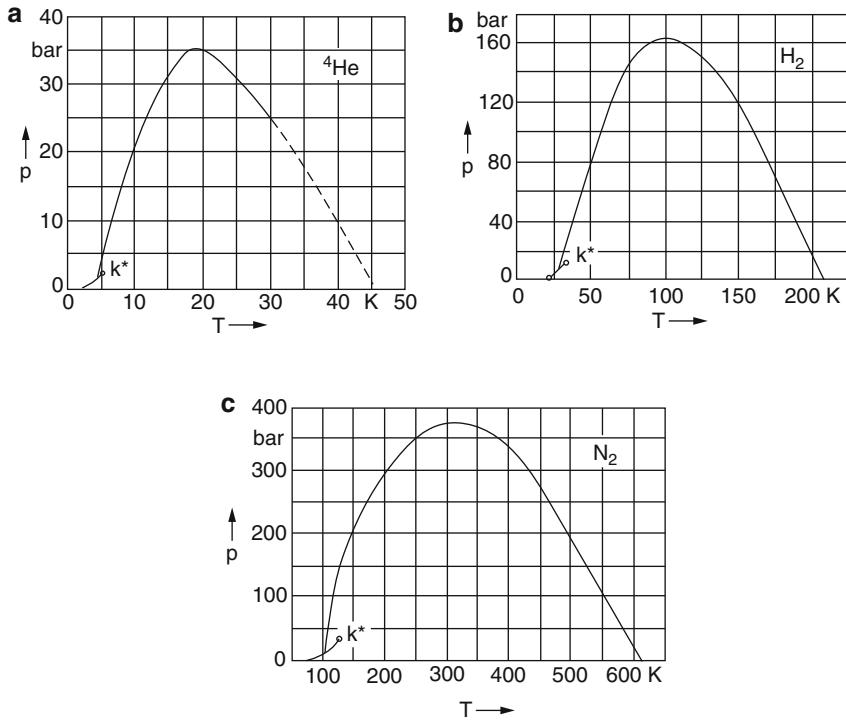


Abb. 1 Inversionskurven: **a** Helium. **b** Wasserstoff. **c** Stickstoff. k^* Kritischer Punkt; S Siedepunkt. Bei Wertpaaren p, T oberhalb der Inversionskurve tritt bei Joule-Thomson-Entspannung Erwärmung auf

kann man natürlich auf die Kryostattechnik mit siedenden Kältemitteln zurückgreifen (Abschn. 2.2).

Bezüglich konstruktiver Einzelheiten von Kälteanlagen muss auf die umfangreiche einschlägige Literatur verwiesen werden [4, 5]. Im Folgenden werden lediglich die drei am häufigsten eingesetzten Verfahren zur Kälteversorgung von Kryopumpen beschrieben. Bei allen drei handelt es sich um regenerative Gaskälteprozesse. Man nennt diese Kältemaschinen auch Refrigeratoren.

2.1.1 Stirling-Verfahren

Ein wichtiges Verfahren zur Erzeugung tiefer Temperaturen ist das Stirling-Verfahren, das in der Mitte des 19. Jahrhunderts von der Firma Philips verbessert und zum ersten Mal zur Luftverflüssigung eingesetzt wurde [6].

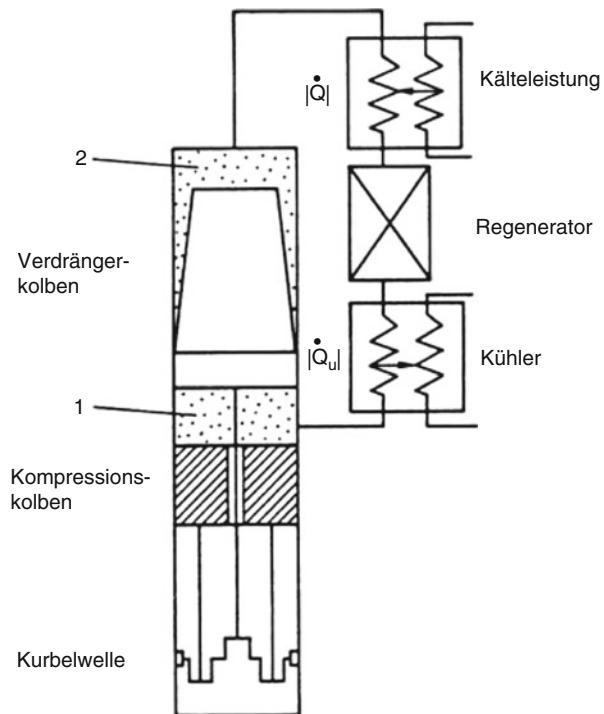
Wie Abb. 2 zeigt, befinden sich in einem Zylinder ein Kompressionskolben und ein Verdrängerkolben, die von einer gemeinsamen Kurbelwelle betätigt werden. Das Arbeitsgas befindet sich in einem geschlossenen System. Es wird zwischen den beiden Kolben verdichtet, gibt dann beim Durchströmen des Kühlers die Kompressionswärme $|Q_u|$ ab und wird danach im Regenerator bis auf etwa die Tempera-

Abb. 2 Stirling-Verfahren.

Punktiert: Arbeitsgas.

1 Verdichtungsraum;

2 Expansionsraum



tur abgekühlt, bei der die Kälteleistung gewonnen werden soll. Anschließend erfolgt die weitere Abkühlung durch Expansion zwischen dem Verdängerkolben und dem geschlossenen Zylinderende (Raum 2). Das entspannte kalte Gas nimmt dann rückströmend in einem offenen Kontaktwärmeübertrager (dem Kaltkopf) zunächst die Wärme Q vom zu kühlenden Objekt auf, strömt dann unter weiterer Erwärmung durch den sich dabei abkühlenden Regenerator und tritt schließlich erwärmt wieder in den Verdichtungsraum 1 zwischen den beiden Kolben ein. Die Hochdruckseite der Maschine arbeitet üblicherweise zwischen 10 und 30 bar. Eine vorgegebene Menge Arbeitsgas wird also lediglich zwischen dem Verdichtungsraum 1 und dem Expansionsraum 2 hin und her geschoben und hat auch im entspannten Zustand einen relativ hohen Druck. Das bedeutet, dass der Verdängerkolben keine Kompressionsarbeit leistet, sondern lediglich den Strömungswiderstand des Regenerators überwinden muss. Ohne den Verdängerkolben, der die Gasbewegung örtlich und zeitlich von der Druck- und Temperaturosillation trennt, wäre kein Wärmetransport möglich. Am Verdängerkolben liegt nur eine geringe Druckdifferenz, aber eine große Temperaturdifferenz an.

Mit diesem Verfahren können in zweistufigen Maschinen Temperaturen bis etwa 12 K erreicht werden. Besondere Vorteile der Philips-Version einer Stirling-Kältemaschine sind der hohe Wirkungsgrad (bei 80 K bis zu 25 % des Carnot-Wirkungsgrades [1]) und der einfache mechanische Aufbau. Die erforderlichen trockenen Kolben benötigen allerdings einen hohen Wartungsaufwand.

2.1.2 Gifford-McMahon-Verfahren

Auch bei diesem in Abb. 3 dargestellten Kühlverfahren [7] wird das Arbeitsgas mittels eines Verdrängerkolbens durch einen Regenerator hin und her geschoben. Die Kompression erfolgt jedoch außerhalb bei Raumtemperatur in einem vom Kühlungssystem getrennten Kompressor. Bei diesem Prozess wird dem System keine Arbeit entnommen, sondern eine der gewonnenen Kälte $|Q|$ entsprechende Wärmemenge $|Q_u|$ nach außen abgeführt. In der gleichen Weise, wie sich das Gas auf der kalten Seite 2 des Verdrängerkolbens durch Entspannung abkühlt, entsteht nämlich durch Verdichtung des Gases Wärme auf der Raumtemperaturseite 1 des Verdrängerkolbens. Das aus dem System austretende Gas hat also eine höhere Temperatur als das dem System zugeführte Gas.

Das Gifford-McMahon-Verfahren hat den Vorteil, dass außer dem langsam bewegten Verdrängerkolben keine bewegten Teile bei tiefen Temperaturen erforderlich sind. Im Gegensatz zum Stirling-Verfahren hat das System zwei Steuerventile, die jedoch auf Raumtemperatur liegen. Die Steuerventile reduzieren den Wirkungsgrad der Kältemaschine, die Anordnung hat aber den großen Vorteil, dass ölgeschmierte Kompressoren verwendet werden können. Hinsichtlich der Abnahme der Kälteleistung mit der Temperatur sind beim Gifford-McMahon-Verfahren die gleichen Bedingungen gegeben, wie beim Stirling-Verfahren.

Das Gifford-McMahon-Prinzip ermöglicht eine räumliche Trennung des Kompressors vom kalten Bereich, die Verbindung kann mit Rohrleitungen erfolgen. Konstruktiv werden daher der Verdrängerkolben, der Kaltwärmeübertrager und der

Abb. 3 Gifford-McMahon-Verfahren. Punktiert:
Arbeitsgas.
1 Verdichtungsraum;
2 Expansionsraum

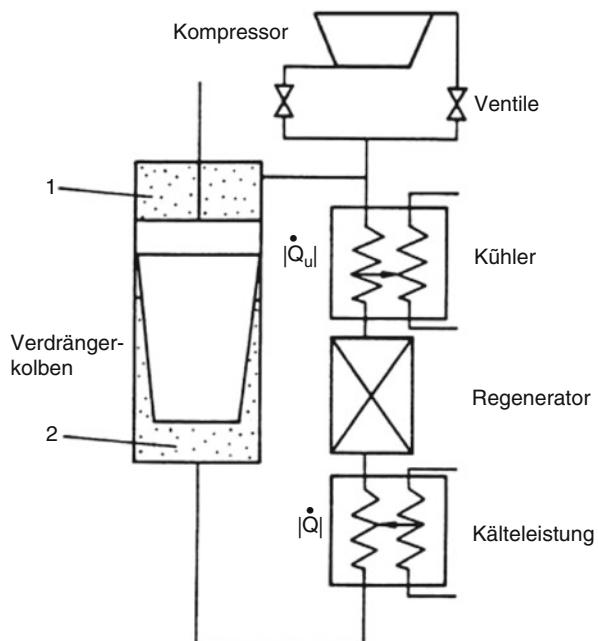
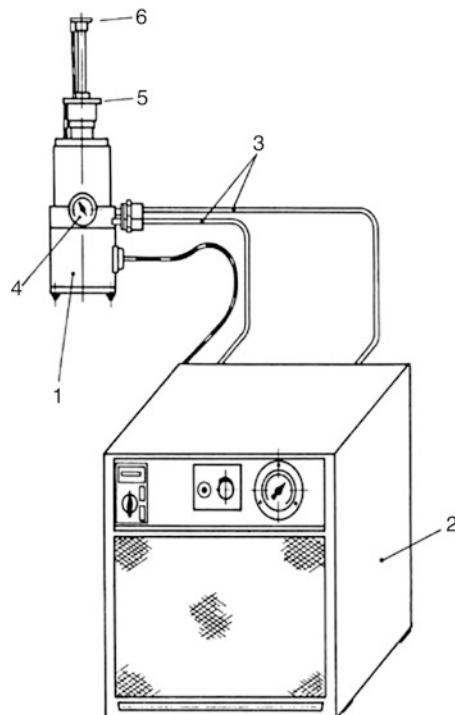


Abb. 4 Zweistufiger Gifford-McMahon-Refrigerator: 1 Kaltkopf; 2 Kompressoreinheit; 3 flexible Druckleitungen; 4 Durchführung für Druck- und Temperaturmessung; 5 erste Temperaturstufe; 6 zweite Temperaturstufe (Tieftemperaturstufe)



Regenerator als sogenannter Kaltkopf in einem Apparat vereint, wie in Abb. 4 wiedergegeben. Gezeigt ist ein zweistufiger Gifford-McMahon-Kühler. Er besteht aus einer wassergekühlten Kompressoreinheit und einem Kaltkopf mit zwei Temperaturstufen, der über zwei flexible Druckleitungen mit der Kompressoreinheit verbunden ist. Das Heliumgas wird im Kreislauf vom Kompressor beim hohen Druck durch den Kaltkopf gefördert. Dabei ist das Kompressoraustrittventil geöffnet, das Einlassventil geschlossen. Wenn der Verdrängerkolben den oberen Totpunkt erreicht hat, wird die Ventilschaltung umgekehrt. Das Gas kann daraufhin über den Verdrängerkolben vom Verdichtungsraum über den Expansionsraum zum Kompressor zurückströmen, im Kaltkopf wird das Gas nacheinander in zwei Stufen entspannt und dadurch abgekühlt.

Dieser Aufbau ist die klassische Anordnung für eine sogenannte Refrigerator-Kryopumpe, wobei die erste Stufe mit einem thermischen Schild und die zweite mit der eigentlichen Pumpfläche verbunden wird. Diese Anordnung ermöglicht auch eine beliebige Einbaulage des Kaltkopfes. Die typischen Kälteleistungen in einer zweistufigen Maschine betragen gleichzeitig 3 W–20 W bei 20 K und bis zu 100 W bei 80 K.

Ein Nachteil bei Stirling-Maschinen ist die Übertragung der Kompressorvibration auf den Kaltkopf und damit angekoppelte Strukturen. Auch hier führt die räumliche Trennung in der Gifford-McMahon-Kältemaschine zur Abhilfe, so dass lediglich noch die Vibrationen des Verdrängerkolbens auf den Kaltkopf übertragen werden. Die in Abschn. 4.3.2 behandelten Refrigerator-Kryopumpen arbeiten nach dem

Gifford-McMahon-Verfahren; das Kältemittel Helium wird im geschlossenen Kreislauf geführt, so dass keine Kältemittelverluste auftreten.

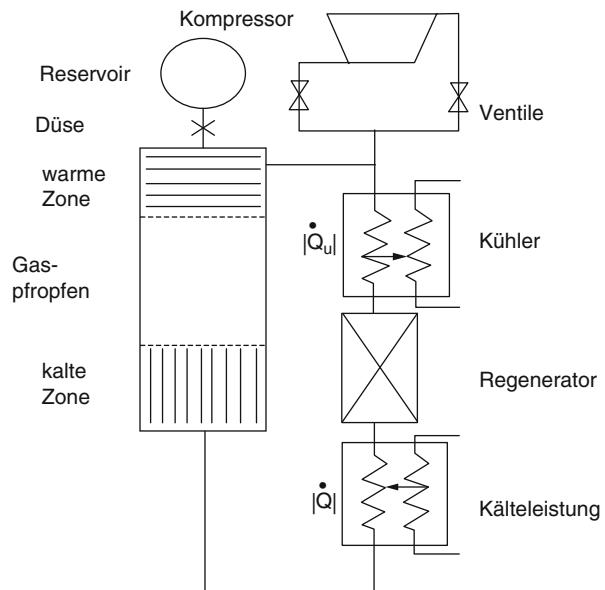
2.1.3 Pulsrohr-Verfahren

Im modernen Pulsrohrkühler, dessen Entwicklung in dieser Form erst Mitte der 1980er-Jahre eingesetzt hat [8], ist das Konzept, alle bewegten Teile im Kältebereich zu ersetzen, konsequent zu Ende gedacht. Dieses Verfahren hat in den letzten 10 Jahren den Markt erobert, insbesondere als Kleinstkältemaschine. Der Verdrängerkolben wird komplett durch eine phasenverschobene Bewegung einer Gassäule in einem sogenannten Pulsrohr ersetzt (Abb. 5). Das macht den Pulsrohrkühler wartungs- und vibrationsarm und damit besonders interessant für sehr anspruchsvolle und empfindliche Anwendungen wie z. B. in der medizinischen Diagnostik, bei der Infrarotspektroskopie (Nachsichtgeräte) und der Supraleitung.

Der für den Wärmetransport wichtige korrekte Phasengang zwischen Gasbewegung und Druckoszillation wird dadurch erreicht, dass das Arbeitsmittel zyklisch in einem Reservoirvolumen angesammelt wird, das über eine Düse verbunden ist. Die Düse übernimmt die Rolle des Verdrängerkolbens und sorgt für eine Dämpfung der Druckoszillation während der Gasbewegung und damit für eine räumliche Trennung der Temperatureffekte.

Wie auch bei den Stirling- und Gifford-McMahon-Maschinen befindet sich das Arbeitsgas Helium in einem geschlossenen System. Im Unterschied dazu beruht jedoch beim Pulsrohrkühler die relevante Wärmeübertragung auf einer thermoakustischen Schwingung einer kleinen Gasportion (Reservoir) [9], die hin und her „wabert“. Nach dem Verdichtungsschritt strömt Gas in das Pulsrohrreservoir,

Abb. 5 Pulsrohr-Verfahren



wobei es über einen Wärmeübertrager am warmen Ende des Pulsrohrs Wärme an die Umgebung abgibt. Anschließend erfolgt die Abkühlung durch Expansion und das kalte Gas wird vom Gasstrom aus dem Reservoir zum kalten Ende des Pulsrohrs bewegt, wo es an der Kaltfläche des Kaltkopfes die Wärme vom zu kühlenden Objekt aufnimmt. Wie auch bei den anderen hier besprochenen Gas-kälteverfahren übernimmt der Regenerator die Vorkühlung des an kommenden Hochdruckgases.

Das Pulsrohr besteht damit aus drei Zonen. Das Gas in der warmen Zone bewegt sich immer zwischen dem warmen Ende und der Pulsrohrmitte hin und her, analog oszilliert das Gas der kalten Zone immer zwischen dem kalten Ende und dem Mittelbereich. Der Gaspfropfen im Mittelbereich selbst bildet den Temperaturgradient aus und wirkt damit genau wie ein Verdrängerkolben. Die restliche Gasfüllung wirkt als Übertrager der Druckoszillation des Kompressors. Der Vorteil des Pulsrohrkühlers besteht in der deutlich reduzierten Vibrationsübertragung an die zu kühlende Fläche.

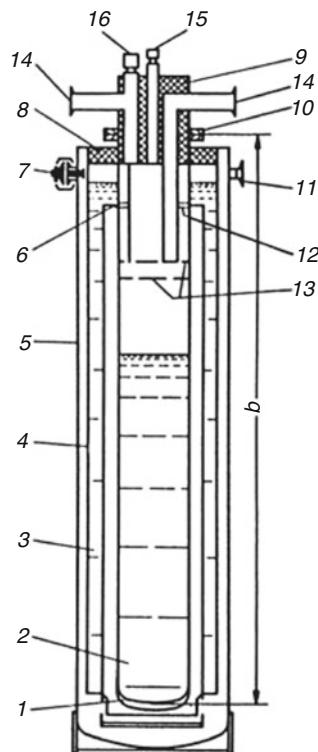
Hinsichtlich Größe und Gewicht der Kältemaschine sind sich der Pulsrohrkühler und der Gifford-McMahon-Kühler sehr ähnlich. Mit einem zweistufigen Verfahren und mit ^3He als Arbeitsmittel konnten 1,27 K als tiefste Temperatur erreicht werden [10]. Die Kälteleistungen liegen in der Größenordnung einige 0,1 W bei 2 K bis 200 W bei 80 K [10, 11]. Für eine gegebene Kälteleistung sind die Preise von Pulsrohrkühlern immer noch höher, aber der Pulsrohrkühler hat durchaus das Potential, mittelfristig den Gifford-McMahon-Kühler zu ersetzen.

2.2 Kryostate mit flüssigen Kältemitteln

Unter Kryostaten versteht man tiefgekühlte, meist zylindrische Gefäße, in die eine abzukühlende Probe oder Apparatur eingebracht wird. Zur Abkühlung werden vor allem die Kältemittel flüssiger Stickstoff (LN_2) und flüssiges Helium (LHe) verwendet. Dem Kühlprinzip entsprechend unterscheidet man Verdampferkryostate und Bad-Kryostate. Durch die hohe latente Wärme der siedenden Flüssigkeit kann die Temperatur auch in rauer Umgebung konstant gehalten werden, solange bis alles Kältemittel verdampft ist. Für Kryopumpen werden heute nur noch in solchen Ausnahmefällen, die eine sehr hohe Temperaturkonstanz benötigen, Bäder mit flüssigen Kältemitteln zur Kühlung der Kaltflächen eingesetzt, weil die Handhabung umständlich ist und einen Zugang zur Einbauposition erfordert, um Kältemittel nachzufüllen.

Die nach Dewar benannten vakuumisierten Badkryostatgefäß aus Glas sind in verschiedenen Ausführungen verfügbar. Sie werden je nach den experimentellen Erfordernissen zur Reduktion der Wärmezufuhr durch Strahlung vollständig versilbert, mit Sichtstreifen versehen oder bleiben unversilbert. Es ist ein besonderer Vorteil der Glaskryostate, dass das Experiment visuell zugänglich ist. Nachteilig sind die Bruchempfindlichkeit und die Tatsache, dass Glas in gewissem Maße für Helium durchlässig ist.

Abb. 6 Badkryostat aus Metall: 1 Tasche mit Adsorptionsmittel; 2 Helium-Dewar mit weitem Halsrohr; 3 Stickstoff-Strahlungsschutz; 4 Rohr mit Kupfermantel; 5 Vakuummantel; 6 Wärmebrücke; 7 Sicherheitsventil; 8 Abdeckring; 9 Deckel; 10 Dewar-Flansch; 11 Evakuierungsstutzen mit Verschlussventil; 12 LN₂-gekühltes Baffle mit Federkontakte; 13 Heliumabgas-gekühltes Baffle; 14 Abgasrohrstutzen; 15 Probeneinführung; 16 Helium-Einlass-Anschluss



Metallkryostate bestehen hauptsächlich aus Edelstahl und Kupfer. Diese beiden Werkstoffe weisen einen erheblichen Unterschied in der Wärmeleitfähigkeit λ auf. Dies wird bei der Konstruktion genutzt, um einerseits die Wärmezufuhr durch Wärmeleitung so klein wie möglich zu halten und um andererseits einen möglichst guten Temperaturausgleich an Apparaturteilen größerer Abmessung zu erreichen (Strahlungsschilde, Objekträger u. a.). Der Aufbau des in Abb. 6 gezeigten einfachen Metallkryostaten entspricht dem eines Glaskryostaten. Weil Metallbehälter für Helium nicht durchlässig sind, weisen sie eine geringe Leckrate auf ($< 10^{-9}$ mbar · L · s⁻¹) und Nachevakuieren ist im Allgemeinen entbehrlich. Zur Erhöhung der Standzeit ist es üblich, ein Adsorptionsmittel (1) in den Vakuumraum zu bringen.

Üblicherweise werden in Kryostaten Temperaturen realisiert, die der Siedetemperatur bei Normaldruck entsprechen. Wenn man den Metallbehälter allerdings als Druckbehälter ausführt, kann längs der Verdampfungskurve auch jede höhere Temperatur stabil gefahren werden [12]. Das Abpumpen im Gasraum oberhalb der Flüssigphase ist ein bewährtes Verfahren, um Temperaturen unterhalb der normalen Siedetemperatur zu realisieren [13]. Eine weitere Alternative ist die Verwendung von sogenannten Verdampferkryostaten [14]. Für die Verwendung als Kryopumpe arbeitet man häufig mit offenen Kryostatgefäß, deren Wandung die pumpende Kaltfläche darstellt, vgl. Abschn. 4.3.2.

2.3 Messung tiefer Temperaturen

Tab. 1 gibt einen Überblick über die Temperatur-Messverfahren im Kryobereich [15].

3 Arbeitsprinzipien von Kryopumpen

Es ist seit langem bekannt, dass Gase und Dämpfe an gekühlten Flächen gebunden werden [16]. Während dieser Effekt praktisch seit seiner Entdeckung zur Vakuumverbesserung genutzt wurde (Kühlfallen, Baffles), hat die Erzeugung eines Hoch- bzw. Ultrahochvakuums mit Hilfe tiefgekühlter Flächen, also mit Kryopumpen, erst seit der Etablierung der Gaskältemaschinen zunehmendes Interesse gefunden.

Nach DIN 28400, Teil 2 ist „eine Kryopumpe eine gasbindende Vakuumpumpe, in der die Gase an tiefgekühlten Flächen kondensieren und/oder an tiefgekühlten Sorptionsmitteln (Festkörper oder Kondensat) adsorbieren. Das Kondensat und/oder Adsorbat wird auf einer Temperatur gehalten, bei der der Druck der gasförmigen Phase geringer ist als der gewünschte niedrige Druck in der Vakuumkammer.“

Als Kryopumpen gelten Vakuumpumpen, die im Bereich unter 120 K arbeiten. Die gewählte Temperatur hängt von der Art des abzupumpenden Gases und dem gewünschten Vakuum ab. Kondensationspumpen, die bei höheren Temperaturen arbeiten, werden als Dampfkondensatoren oder schlichtweg als Kondensatoren bezeichnet (siehe ► Kap. 17, „Kondensatoren“).

Die Kryopumpe kann im Gegensatz zu allen anderen Pumpen das theoretische Saugvermögen (z. B. für Wasserdampf) erreichen und die pumpende Fläche kann direkt im Rezipienten angeordnet werden, d. h. ohne zusätzliche Leitwertverluste über Anschlussflansche. Aus diesem Grund wurden die ersten Kryopumpen zur Simulation von Weltraumbedingungen eingesetzt. Nur hier, wo mit konventionellen Pumpen das notwendige Saugvermögen nicht mehr erreicht werden konnte, schien zunächst der hohe kältetechnische Aufwand gerechtfertigt. Die beeindruckenden Fortschritte in der Technologie der regenerativen Gaskältemaschinen (Abschn. 2) haben inzwischen die Kälteerzeugung so sehr erleichtert, dass es heute eine ganze Reihe von Anwendungen gibt, bei denen Kryopumpen mit kleinerem Saugvermögen mit konventionellen Pumpen erfolgreich konkurrieren oder oft sogar die vorteilhafteste technische Lösung darstellen.

Weil die Form der Kaltfläche den räumlichen Gegebenheiten vollständig angepasst werden kann, steht das volle Saugvermögen auch an sonst für Pumpvorgänge schwer zugänglichen Stellen zur Verfügung. Vorteilhaft ist ferner, dass keine Treibmitteldämpfe in den Rezipienten gelangen. Die Kapazität einer Kryopumpe ist begrenzt, weil das abgepumpte Gas auf der Kaltfläche gebunden bleibt. Im Hoch- und Ultrahochvakuum, dem Hauptanwendungsbereich der Kryopumpe, ist dies wegen der geringen anfallenden Gasmengen kein Nachteil. Für Anwendungen bei höheren Drücken, oder bei Prozessen mit kontinuierlichem Gasanfall, müssen Kryopumpen regelmäßig regeneriert werden.

Der zugrundeliegende Pumpmechanismus in Kryopumpen ist die Gasbindung über van-der-Waals-Kräfte an die Kaltflächen [17]. Die energetische Wechselwir-

Tab. 1 Temperaturnessverfahren für Temperaturen von 1 K–300 K. V : Volumen des Messfühlers, $U(T)$: Messunsicherheit mit etwa 95 % Vertrauensintervall, Rep.: Wiederholbarkeit der Messung

Verfahren	Bereich K	V/cm^3	Energiezufuhr W	$U(T) \text{ K}$	Rep. K	Differenzmessung	Messauflauf und Zeit
Gasthermometer	2–800	>10	<10 ⁻⁴	10 ⁻²	10 ⁻³	Sehr schlecht	Sehr groß ^a
Dampfdruckthermometer	0,65–5 14–44 ab 53	>≈ 1	<10 ⁻⁴	10 ⁻³ 10 ⁻² 10 ⁻²	10 ⁻⁴ 10 ⁻³ 10 ⁻²	Sehr schlecht	Klein
Industrielles Pt-Widerstandsthermometer	20–500	<1	10 ⁻⁶ –10 ⁻⁴	10 ⁻¹ b	10 ⁻¹	Schlecht	Groß
Industrielles RhFe-Widerstandsthermometer	1–400	<1	10 ⁻⁵ –10 ⁻⁴	10 ⁻¹ b	10 ⁻¹	Schlecht	Groß
Thermistor	70–400	10 ⁻² –10 ⁻¹	<10 ⁻⁵	10 ⁻¹ b	10 ⁻¹	Schlecht	Klein
Kohlewiderstand/Dickschichtwiderstand (RuO ₂)	0,1–300	10 ⁻² –10 ⁻¹	<10 ⁻⁵	10 ⁻² b,c	10 ⁻² c	Schlecht	Klein
Cernox™-Widerstandsthermometer ^f	1–10 10–400	10 ⁻¹	<10 ⁻⁵	10 ⁻² b,c 10 ⁻³ b,c	10 ⁻² c 10 ⁻³ c	Schlecht	Klein
Kohle-Glas-Widerstandsthermometer	1–300	10 ⁻¹	<10 ⁻⁵	10 ⁻² b,c	10 ⁻² c	Schlecht	Klein
Halbleiterdiode (Si, GaAs)	1–30 30–400	10 ⁻²	10 ⁻⁵	10 ⁻² b	10 ⁻²	Schlecht	klein
Kapazitives Thermometer (SrTiO ₃)	1–290	10 ⁻¹	<10 ⁻⁵	1 ^b	1	Schlecht	Groß
Thermoelemente: Cu-Konstantan Auf-e-Chromel	70–400 2–300	10 ⁻⁴ d	<10 ⁻⁴	10 ⁻² b,e	10 ⁻² e	Sehr gut	Klein

^aFür Kalibrierzwecke

^bIndividuelle Kalibrierung

^cRelative Unsicherheit $U(T)/T$ Wiederholbarkeit

^dNur die Messstelle, Konfektionierung und thermische Kontaktierung nicht berücksichtigt

^eRelative Unsicherheit von Temperaturdifferenzen $U(\Delta T)/\Delta T$

^fCernox™ ist ein eingetragenes Warenzeichen der Fa. Lake Shore Cryotronics Inc.

kung ist stark abhängig von der Art der bindenden Oberfläche. Danach werden hauptsächlich zwei Kryopumpmechanismen unterschieden, die Kondensation und die (Ad-)sorption. In der Praxis ist es oft nicht möglich, diese Mechanismen klar zu trennen (vgl. auch ► [Kap. 11, „Sorption und Diffusion“](#)).

3.1 Gaskondensation

Mit Kondensation wird im strengen thermodynamischen Sinne lediglich der Phasenübergang gasförmig/flüssig bezeichnet. Da es aber für die Pumpwirkung häufig nicht relevant ist, ob das gepumpte Gas fest oder flüssig vorliegt, wird im Sprachgebrauch für beide Fälle die Bezeichnung „kondensierte Phase“ verwendet. Die bei vorgegebener Temperatur der Kaltfläche durch Kondensation im besten Fall erreichbaren Enddrücke ergeben sich aus dem Sublimationsgleichgewichtsdruck der festen Phase. Abb. 7 zeigt die Gleichgewichtskurven der vakuumtechnisch interessierenden Gase und einiger anderer Stoffe; korrespondierende Zahlenwerte sind in Tab. 2 zusammengefasst ([18–20]). Neben den Bestandteilen der Luft einschließlich Wasser sind einige Kohlenwasserstoffe und Quecksilber aufgeführt.

Man unterscheidet drei Gruppen von Gasen, je nachdem bei welcher Temperatur der Dampfdruck unter einen Schwellenwert von 10^{-7} Pa absinkt. Während der Dampfdruck von Wasser, Kohlendioxid und den höheren Kohlenwasserstoffen bereits bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffs ($T=77$ K) unter diesen Wert sinkt, fällt der Dampfdruck von Methan, Argon, Sauerstoff und Stickstoff erst bei $T \approx 20\text{--}30$ K in diesen Bereich ab. Um den Dampfdruck von Neon und Wasserstoff auf Werte $p < 10^{-7}$ Pa zu senken, sind schließlich Temperaturen im Bereich des flüssigen Heliums, also $T=4,2$ K, und darunter notwendig.

Im Prinzip kann jedes Gas gepumpt werden, wenn man die Temperatur nur klein genug wählt. Die Temperatur $T=20$ K ist also ausreichend, um für alle Gase bis auf Neon, Wasserstoff und Helium UHV-Bedingungen zu erreichen. Dabei ist Wasserstoff vakuumtechnisch von besonderem Interesse, da er von vielen Werkstoffen ins Vakuum abgegeben wird (siehe ► [Kap. 31, „Werkstoffe in der Vakuumtechnik“](#)). Er ist deshalb die im UHV-Bereich am meisten störende Restgaskomponente.

Bei der Verwendung der Dampf- bzw. Sublimationsdruckkurven ist zu berücksichtigen, dass diese den Zustand des Phasengleichgewichts wiedergeben. Im Gleichgewicht stellt sich an der Kaltfläche ein Nettostoffstrom von Null ein, d. h. es tritt kein nutzbarer Pumpeffekt mehr auf. Die Kurven beschreiben daher den theoretisch möglichen Enddruck. Um in einer Anwendung mit konstant zu pumpendem Gasstrom im Vakuum ein ausreichend hohes Saugvermögen zu erreichen, muss man daher einen Ungleichgewichtszustand aufrechterhalten, indem man das zu pumpende Gas thermodynamisch übersättigt, üblicherweise 2 Dekaden im Druck. Für die Bindung von Wasserstoff an einer Kaltfläche im UHV sind Temperaturen $T < 3,5$ K erforderlich, wenn man nicht auf die im Folgenden behandelten Bindungsmechanismen des Kryotrapping und der Kryosorption zurückgreift.

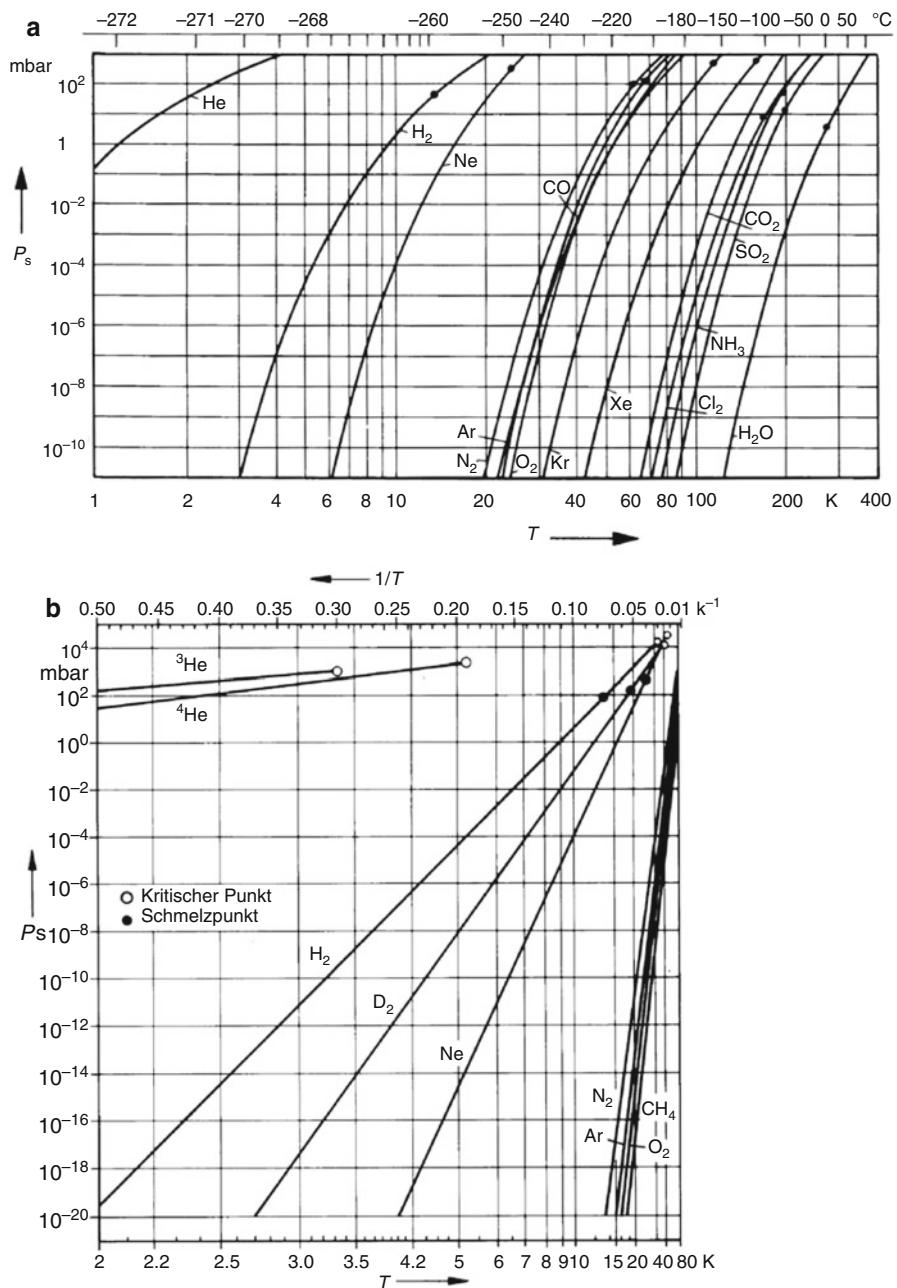


Abb. 7 a Sättigungsdampfdrücke p_s verschiedener Stoffe im Temperaturbereich $T=1\text{--}400\text{ K}$ Schmelztemperatur. b Sättigungsdampfdrücke p_s verschiedener kryotechnisch wichtiger Stoffe im Temperaturbereich $T=2\text{--}80\text{ K}$

Tab. 2 Die Dampfdrücke vakuumtechnisch interessierender Stoffe, im Bereich niedriger Drücke extrapoliert

Symbol	Substanz	K_p	K	F_p	K	Temperatur in K für Dampfdruck in Torr (133 Pa)	10^{-12}	10^{-11}	10^{-10}	10^{-9}	10^{-8}	10^{-7}	10^{-6}	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-1}	10^0	10^1	10^2	10^3
He	Helium	4,2	—	0,268	0,288	0,335	0,366	0,403	0,45	0,50	0,57	0,66	0,79	0,99	1,27	1,74	2,64	4,52				
H ₂	Wasserstoff	20,4	13,4	2,88	3,01	3,21	3,45	3,71	4,03	4,40	4,84	5,38	6,05	6,90	8,03	9,55	11,7	15,1	21,4			
Ne	Neon	27,1	24,6	5,79	6,11	6,47	6,88	7,34	7,87	8,45	9,19	10,05	11,05	12,30	13,85	15,8	18,45	22,1	27,5			
N ₂	Stickstoff	77,3	63,2	19,0	20,0	21,1	22,3	23,7	25,2	27,0	29,0	31,4	34,1	37,5	41,7	47,0	54,0	63,4	80,0			
Ar	Argon	87,3	83,8	21,3	22,5	23,7	25,2	26,8	28,6	30,6	33,1	35,9	39,2	43,2	48,2	54,4	62,5	73,4	89,9			
O ₂	Sauerstoff	90,2	54,4	22,8	24,0	25,2	26,6	28,2	29,9	31,9	34,1	36,7	39,8	43,3	48,1	54,1	62,7	74,5	92,8			
CH ₄	Methan	111,7	90,1	25,3	26,7	28,2	30,0	32,0	34,2	36,9	39,9	43,5	47,7	52,9	59,2	67,3	77,7	91,7	115,0			
Kr	Krypton	120,0	116,0	29,3	30,9	32,6	34,6	36,8	39,3	42,1	45,4	49,3	53,9	59,5	66,3	74,8	86,0	100,8	129,4			
O ₃	Ozon	161,3	22,2	40,0	42,1	44,3	46,9	49,8	53,0	56,7	60,8	65,8	71,6	78,6	87,2	101,1	116,0	136,2	165,4			
Xe	Xenon	165,0	161,4	40,5	42,7	45,1	47,7	50,8	54,2	58,2	62,7	68,1	74,4	82,1	91,5	103,5	118,5	139,5	170,0			
C ₂ H ₆	Äthan	184,6	89,9	46,4	48,8	51,4	54,4	57,8	61,5	65,8	70,8	76,5	83,4	91,4	101,9	113,7	130,3	153,9	189,8			
CO ₂	Kohlendioxid	194,6	—	62,2	65,2	68,4	72,1	76,1	80,6	85,7	91,5	98,1	106,0	114,5	125,0	137,5	153,5	173,0	198,0			
NH ₃	Ammoniak	239,8	195,4	74,1	77,6	81,5	85,8	90,6	95,9	102,0	108,5	116,5	125,5	136,0	148,0	163,0	181,0	206,0	245,0			
C ₃ H ₆ O	Aceton	329,5	178,2												a	191,0	213,8	242,1	280,9	337,0		
C ₂ HCl ₃	Trichloräthylen	360,4	200,2												a	211,5	234,5	264,4	305,8	369,2		
H ₂ O	Wasser	373,2	273,2	118,5	124,0	130,0	137,0	144,5	153,0	162,0	173,0	185,0	198,5	215,0	233,0	256,0	284,0	325,0	381,0			
H ₂ O ₂	Wasserstoffperoxid	431,0	271,5												a	289,0	323,3	368,6	431,5			
J ₂	Jod	456,2	386,8	147,5	154,0	161,5	169,5	178,5	188,5	199,5	212,0	226,0	243,0	262,0	285,0	312,0	345,0	389,0	471,0			
Hg	Quecksilber	630	234,4	161,2	169,6	178,8	189,2	200,8	214,1	229,1	246,4	266,8	290,8	320,0	355,2	399,6	457,2	534,8	645,1			

aFür die feste Phase liegt keine Dampfdrückgleichung vor. K_p Siedetemperatur; F_p Schmelztemperatur

Beispiel 1

Mit den Werten aus Tab. 2 ergibt sich: Um beim Pumpen von H₂ einen Druck von 10⁻⁶ Torr zu erreichen (entsprechend einer Gleichgewichtstemperatur von 4,4 K), muss an der Kaltfläche eine Temperatur von 3,7 K zur Verfügung gestellt werden (entsprechend einem Gleichgewichtsdruck von 10⁻⁸ Torr).

Die Eigenschaften der gebildeten Eisschichten hängen in komplizierter Weise von der Pumphistorie ab und verändern sich während des Aufwachsens [21, 22].

Die Kapazität einer Kondensationskryopumpe ist praktisch unbegrenzt, solange man die Temperatur der Kaltfläche halten kann. Bei Aufwachsen einer dicken Eisschicht nimmt der Kältebedarf natürlich zu; die finite Wärmeleitfähigkeit des Eises führt zu einer Zunahme der Temperatur an der Eisoberfläche, was zu Instabilitäten führen kann [23]. In der Praxis können ohne weiteres Kondensatschichten von mehr als 10 mm Dicke gebildet werden. Der Wirkungsgrad einer Kondensationspumpe ist nahe am theoretischen Maximum [24].

3.2 Kryosorption

Durch Kryotrapping und Kryosorption kann die Wirksamkeit einer Kryopumpe merklich erhöht und zu höheren Temperaturen hin verschoben werden. Allerdings sind die erreichbaren Kapazitäten kleiner als bei Kryokondensation. An die Stelle der Dampf- bzw. Sublimationsdruckkurve, die den theoretisch erreichbaren Druck bei der gegebenen Temperatur an der Oberfläche des Kondensats bezeichnet, tritt das Sorptionsphasengleichgewicht. Dieses wird mit Hilfe der Sorptionsisothermen beschrieben, die die Abhängigkeit des Druckes von der Gasbeladung der sorbirenden Fläche bei gegebener Temperatur beschreibt. Allgemein gelten die in ► Kap. 23, „Kenngrößen und Anwendungen von Kryopumpen“ behandelten grundlegenden Zusammenhänge.

Bei der Kryosorption wird das Gas über physikalische Adsorptionskräfte an die Kaltfläche gebunden. Die Wechselwirkung ist komplex und hängt nicht nur von der Temperatur, sondern darüber hinaus auch von der Art der Oberfläche ab. Dafür werden ausgewählte Sorbensmaterialien verwendet, wie z. B. Aktivkohle, Zeolith oder nanoporöse Materialien, die durch ihre Porosität eine besonders hohe aktive Oberfläche besitzen. Auch eine vor Beginn des Pumpvorganges niedergeschlagene Kondensatschicht eines höhersiedenden Gases (zum Beispiel Argonschnee) hat eine ausreichend hohe Porosität.

Die Adsorptionsphasengleichgewichte liegen bei einer vorgegebenen Temperatur immer bei Drücken unterhalb des Sättigungsdampfdruckes. Daher kann Gas durch Adsorption auch im untersättigten Bereich gepumpt werden, das bedeutet bei bedeutend höheren Temperaturen, als sie für die Kondensation erforderlich wären. Das ist von großer Bedeutung für das ökonomische Pumpen der schwer kondensierbaren Gase Wasserstoff, Helium und Neon. Mittels Kryosorption können auch für diese Gase bei 5 K problemlos Vakua im 10⁻⁷ Pa-Bereich erreicht werden.

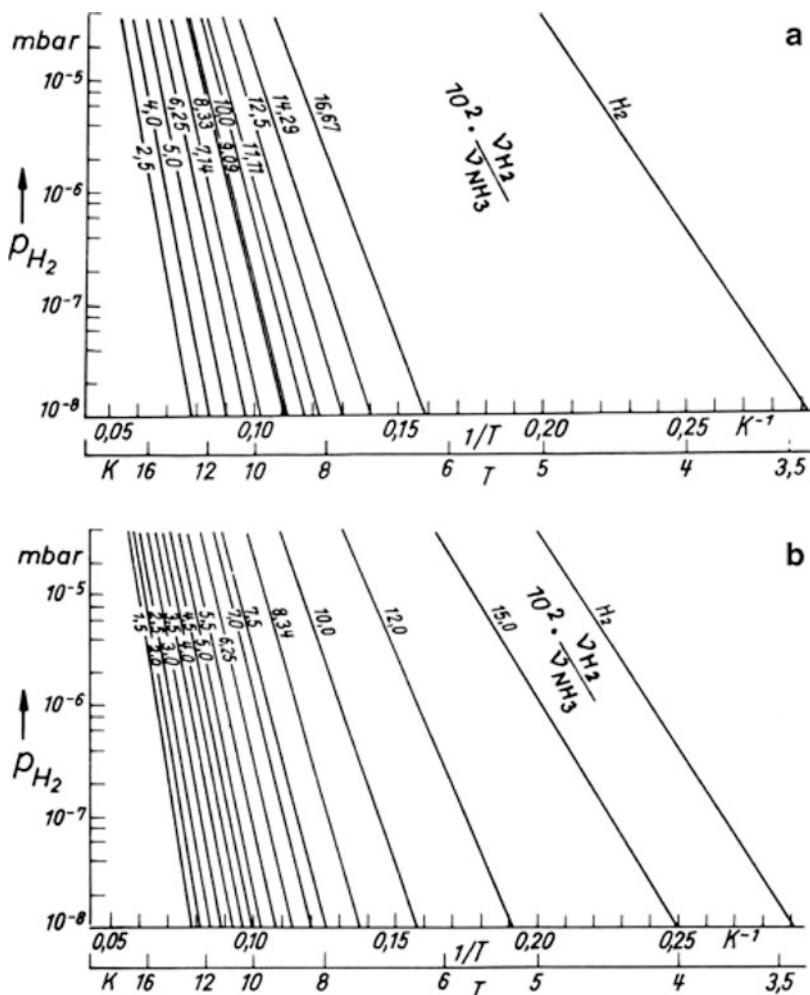
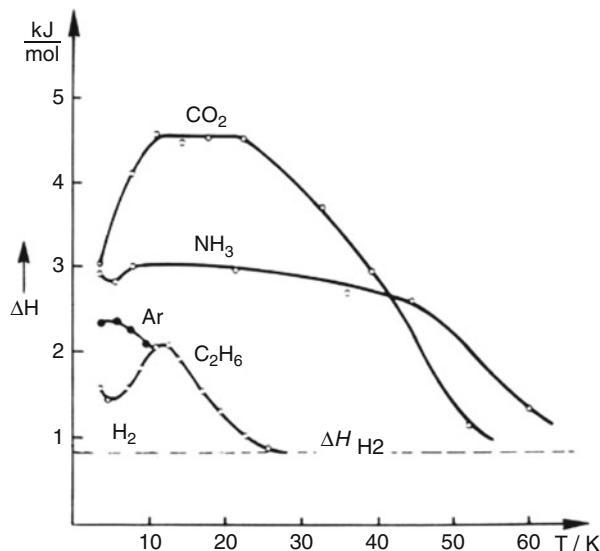


Abb. 8 **a** Kryosorption von Wasserstoff an festem Ammoniak: Adsorptionsgleichgewichte von H₂ an NH₃-Kondensaten für verschiedene Stoffmengenverhältnisse ν_{H_2}/ν_{NH_3} ; Erzeugung der NH₃-Kondensate bei $T=7,99$ K. **b** Kryotrapping von Wasserstoff mit Ammoniakdampf: Wasserstoff-Partial-Dampfdruck über NH₃/H₂-Mischkondensaten mit verschiedenen Stoffmengenverhältnissen ν_{H_2}/ν_{NH_3} ; Erzeugung der Mischkondensate bei $T=8$ K

Abb. 8a zeigt die Kryosorption von Wasserstoff an festem Ammoniak. In Abb. 9 ist die molare Adsorptionsenthalpie ΔH von Wasserstoff an verschiedenen Gas-kondensaten in Abhängigkeit von der Kondensationstemperatur T_K des Adsorbens aufgetragen. Kohlendioxid und Ammoniak sind danach als Adsorbens für Wasserstoff besonders geeignet. Ferner ist ersichtlich, dass für alle Adsorbentien ein Bereich der Kondensationstemperatur T_K existiert, in dem Schichten mit besonders starker Bindung entstehen [25].

Abb. 9 Molare Sorptionsenthalpie ΔH von Wasserstoff in Abhängigkeit von der Kondensationstemperatur T_K des Adsorbens an verschiedenen Gaskondensaten. Gestrichelt: Kondensation von H_2 gas an H_2 fest



Die Verwendung von Gaskondensaten als Kryosorbens bietet gewisse Vorteile gegenüber der Verwendung fester Adsorbentien. Zwangsläufig ist bei Kondensaten der notwendige gute thermische Kontakt mit der Kaltfläche gegeben. Ferner kann die Kryopumpe durch Verdampfen des Kondensats und Erzeugung einer neuen Schicht schon bei relativ niedrigen Temperaturen in einfacher Weise regeneriert werden. Trotzdem wird wegen des deutlich komplizierteren Verfahrens und der Notwendigkeit, ein Fremdgas im System in Kauf nehmen zu müssen, die Kryosorption an Gaskondensaten nur noch in Ausnahmefällen eingesetzt [26, 27]. Alle kommerziellen Refrigerator-Kryopumpen verwenden feste Adsorptionsmittel.

3.2.1 Feste Adsorptionsmittel

Die Hauptherausforderung bei der Anwendung fester Adsorbentien (Molekularsiebe, Aktivkohle) zur Druckerniedrigung im Hoch- und Ultrahochvakuum durch Kryosorption ist die Wärmeübertragung vom Adsorbens an die Kaltfläche. Da bei niedrigen Drücken die Wärmeleitung durch das zu pumpende Gas vernachlässigbar klein wird, kann die Abkühlung nur durch Wärmeleitung im Adsorbens selbst erfolgen. Hierzu ist eine gut wärmeleitende Kontaktierung des Adsorbens mit der Kaltfläche erforderlich, die meist durch Kleben hergestellt wird. Die Auswahl eines geeigneten Klebemittels muss sichergestellt werden. Das Adsorptionsmittel muss vor dem Abkühlen der Apparatur so weit wie möglich durch Ausheizen ent gast werden.

Die Desorption bei der Regeneration sowie der gesamte Kryosorptionspumpprozess hängen stark von dem gewählten Kryosorbens ab. Hervorgerufen durch die große Bedeutung, die das Kryopumpen für große Kernfusionsexperimente erlangt hat, wurden in den 1990er-Jahren groß angelegte Qualifizierungsprogramme für eine

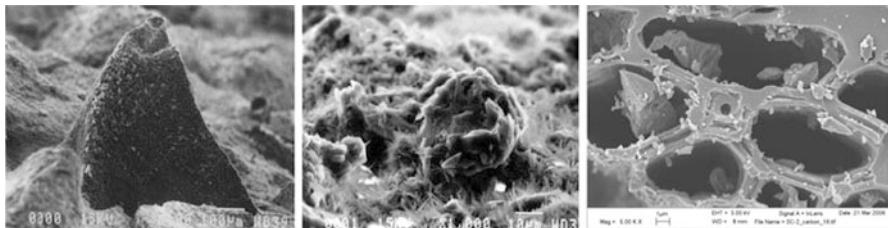


Abb. 10 Porenstruktur granularer Kokosnuss-Aktivkohle. Der Skalierungsmaßstab ist 100 μm (links), 10 μm (Mitte) und 1 μm (rechts)



Abb. 11 Aktivkohlebeschichtete Kryoflächen einer Refrigerator-Kryopumpe. Das linke Bild zeigt die gesamte Anordnung mit 9 Pumpflächen (beklebt mit Aktivkohlestäbchen), das rechte Bild eine Einzelfläche (beklebt mit Granulat)

Vielzahl potentieller Kryosorptionsmaterialien aufgelegt (Sintermetalle, poröse Keramiken und Metallgewebe, Silicagel, Molekularsiebe, Aktivkohlen) [28–30]. Dabei wurden nicht nur die Sorbensmaterialien allein untersucht, sondern es wurde auch versucht, eine optimale Befestigungstechnik (Beständigkeit gegenüber den thermischen Zyklen der Regeneration und gute Wärmeleitfähigkeit) an den gekühlten Flächen zu finden (Kleben, Löten, Plasmabeschichten). Diese Programme waren notwendig, weil bei Herstellern von industriellen Adsorbentien keinerlei Erfahrungen bei der Verwendung im kryogenen Temperaturbereich vorliegen.

In der Praxis (z. B. bei allen kommerziellen Pumpen) kommt Aktivkohle die größte Bedeutung zu, insbesondere unpolare, mikroporöse Varianten [31]. Üblicherweise werden Typen verwendet, die aus der Verkokung von Kokosnusschalen gewonnen werden. Das natürliche Ausgangsprodukt resultiert in einer nicht zu schmalen Porengrößenverteilung, so dass die Wechselwirkung mit den zu pumpenden Gasteilchen für alle Teilchenarten gleich gut ist (Abb. 10).

In kommerziellen Pumpen werden in der Regel zu zylindrischen pellets verpresste Aktivkohlestäbchen mit Epoxy-Harz auf die Kaltfläche geklebt, wie Abb. 11 zeigt.

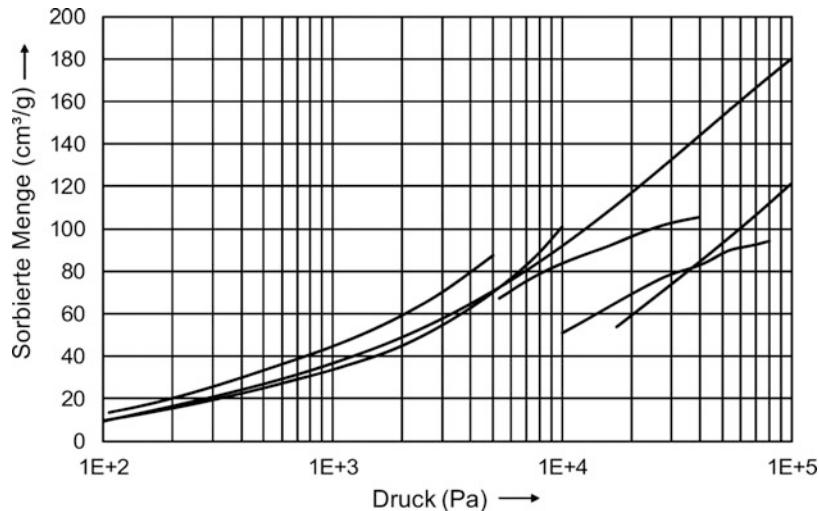


Abb. 12 Sorptionsgleichgewicht für H_2 an Aktivkohle bei 77 K. Dargestellt sind verschiedene Literaturdaten [32]. Die Stoffmenge ist in cm^3 sorbierter Wasserstoff (bei Standardbedingungen) pro g Aktivkohle angegeben.

Die Übertragbarkeit der Sorptionsgleichgewichtsdaten von einem Kohletyp auf den anderen ist beschränkt, deshalb müssen Literaturdaten mit einer großen Unsicherheit verwendet werden. Abb. 12 verdeutlicht das beispielhaft für die Paarung Wasserstoff an mikroporöser Kokosnuss-Aktivkohle bei 77 K (die in der Abb. dargestellten Kurven sind [32] entnommen). Betrachtet man darüber hinaus noch andere Aktivkohletypen, ergeben sich durchaus Unterschiede um eine ganze Größenordnung. Die Kryosorption von Helium hängt unterhalb 10 K sehr stark von der Temperatur ab (Abb. 13).

Weitere Aspekte, die bei der richtigen Auswahl des Kryosorptionsmaterials in Betracht kommen sind:

- Querempfindlichkeit des Kryosorptionsmaterials, d. h. eine Reduktion des nominalen Saugvermögens, wenn sich schwer flüchtige Spurengase, die besonders hohe Regenerationstemperaturen erfordern, über die Laufzeit ansammeln [33].
- Mobilität der sorbierten Teilchen, d. h. die Kapazität der Pumpe kann erhöht werden, wenn Teilchen, die zunächst an der Oberfläche gepumpt werden, durch definierte Energiezufuhr (Erwärmung) tiefer in die Poren transportiert werden können [34].

Im Grobvakumbereich, insbesondere als saubere Vorpumpen für Ionengetterpumpen, haben sich mit flüssigem Stickstoff gekühlte Kryosorptionspumpen mit Zeolithfüllung bewährt (siehe ▶ Kap. 20, „Passive Sorptionspumpen“).

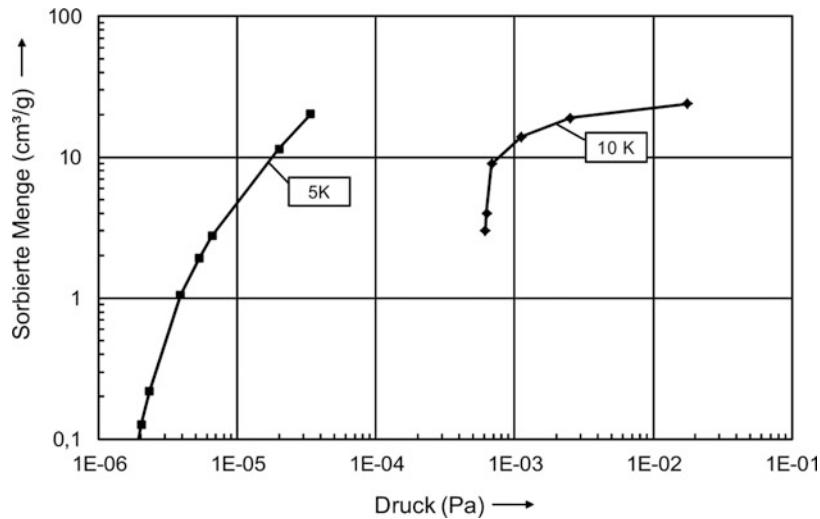


Abb. 13 Sorptionsgleichgewicht für Helium an mikroporöser Kokosnuss-Aktivkohle (Abb. 10)

3.2.2 Kryotrapping

Um noch tiefere Gleichgewichtsdrücke zu erreichen, kann die Pumpmethode des Kryotrapping verwendet werden. Darunter versteht man das Pumpen eines tiefer siedenden und damit schwer kondensierbaren Gases gleichzeitig während der Kondensation eines höher siedenden Hilfsgases. Im Gegensatz zur Kryosorption, wo das zu pumpende Gas an einer Oberfläche gebunden wird, wird es beim Kryotrapping in den Mischkondensatschnee eingeschlossen [35]. Als Kondensationspartner für Wasserstoff wurden bisher Argon, Methan, Kohlendioxid, Ammoniak und höhere Kohlenwasserstoffe untersucht. Die entstehenden Mischkondensate besitzen bei vorgegebener Temperatur der Kaltfläche einen gegenüber dem Dampfdruck p_{H_2} über dem reinen Kondensat (vgl. Tab. 2) um mehrere Zehnerpotenzen kleineren Wasserstoffpartialdruck. Abb. 8b zeigt dies am Beispiel von Mischkondensaten aus Ammoniak und Wasserstoff [25]. Der Vergleich mit Abb. 8a ergibt, dass die Dampfdruckerniedrigung bei der Kryosorption bei gleichem Stoffmengenverhältnis von Ammoniak zu Wasserstoff um etwa 30 % kleiner ist als beim Kryotrapping.

Für die praktische Anwendung bietet die Kryosorption gegenüber dem Kryotrapping den Vorteil, dass das als Adsorbens dienende Gaskondensat, dessen Dampfdruck bei der Betriebstemperatur der Kryopumpe vernachlässigbar ist, vor dem eigentlichen Pumpvorgang erzeugt werden kann. Darüber hinaus bietet Kryosorption mit festen Adsorptionsmitteln den Vorteil, dass kein Hilfsgasstrom benötigt wird. Kryotrapping wird daher allenfalls im Labormaßstab angewendet.

Beim Kondensieren von Gasgemischen an kalten Flächen tritt neben dem Kryotrapping natürlich auch Kryosorption auf. Eine exakte Unterscheidung der ablaufenden Vorgänge nach den genannten Mechanismen ist dabei nicht möglich.

4 Auslegung von Kryopumpen

Beim Design von Kryopumpen müssen kryotechnische und vakuumtechnische Gesichtspunkte kombiniert werden. Kryotechnisch bedeutet dies die Erzeugung tiefer Temperaturen und die stationäre Kühlung der zum Pumpen verwendeten Kaltflächen. Vakuumtechnisch bedeutet dies die Schaffung eines hohen Leitwertes für den Weg, den die Teilchen bis zur Pumpfläche zurückzulegen haben, sowie einer effizienten Wechselwirkung der zu pumpenden Teilchen mit den Kaltflächen.

4.1 Kryotechnisch konstruktive Merkmale

Das Gehäuse einer Kryopumpe ist üblicherweise auf Umgebungstemperatur, während die Kaltflächen aktiv gekühlt werden. Wie auch bei anderen kryotechnischen Komponenten setzt sich die gesamte thermische Last der Kaltflächen \dot{Q}_{tot} aus verschiedenen Anteilen zusammen:

- Festkörperwärmeleitung über angeschlossene Rohre, Kabel, usw., eventuell auch über die entstehenden Eisschichten (\dot{Q}_F),
- Gaswärmeleitung über das Restgas zwischen kalter Fläche und Gehäuse (\dot{Q}_G),
- Strahlungswärme (\dot{Q}_{Rad}), und
- Enthalpieeintrag des zu pumpenden Gases (Abkühlen auf die Kalttemperatur und Phasenübergangsenthalpie) ($\Delta\dot{H}$).

$$\dot{Q}_{\text{tot}} = \dot{Q}_F + \dot{Q}_G + \dot{Q}_{\text{Rad}} + \Delta\dot{H} \quad (3)$$

Die Festkörperwärmeleitung wird üblicherweise durch die Wahl geeigneter Materialien mit geringer Wärmeleitfähigkeit bzw. kleinem Leitungsquerschnitt minimiert. Der Effekt der Gaswärmeleitung wird vernachlässigbar, sobald man im molekularen Strömungsbereich arbeitet. Abb. 14 zeigt qualitativ die Gaswärmeübertragung als Funktion des Druckes bei verschiedenen Knudsenzahlen. Im HV- und UHV-Bereich ist auch die Kondensationswärme, die für die hier interessierenden Gase im Bereich $80\text{--}800 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1}$ liegt, wegen der kleinen kondensierenden Mengenströme vernachlässigbar.

Damit ist die Strahlungswärme von 300 K auf die Kaltflächen üblicherweise der dominante Beitrag der Wärmelast.

4.1.1 Strahlung

Die durch Strahlung übertragene Wärmeleistung hängt neben anderen Größen auch vom Emissionsgrad ε der Kaltfläche ab. Beim Bau von Kryostaten ist es zweckmäßig, den Emissionsgrad der kalten Teile durch Polieren oder Vergolden möglichst weit herabzusetzen. Bei Kryopumpen ist dies jedoch nur dann sinnvoll, wenn geringe Gasmengen anfallen, so dass die auf der Kaltfläche niedergeschlagene Kondensatschicht dünn bleibt. Mit zunehmender Schichtdicke des Gaskondensats nimmt der Emissionsgrad der Kaltfläche zu. Während eine polierte Kupferfläche

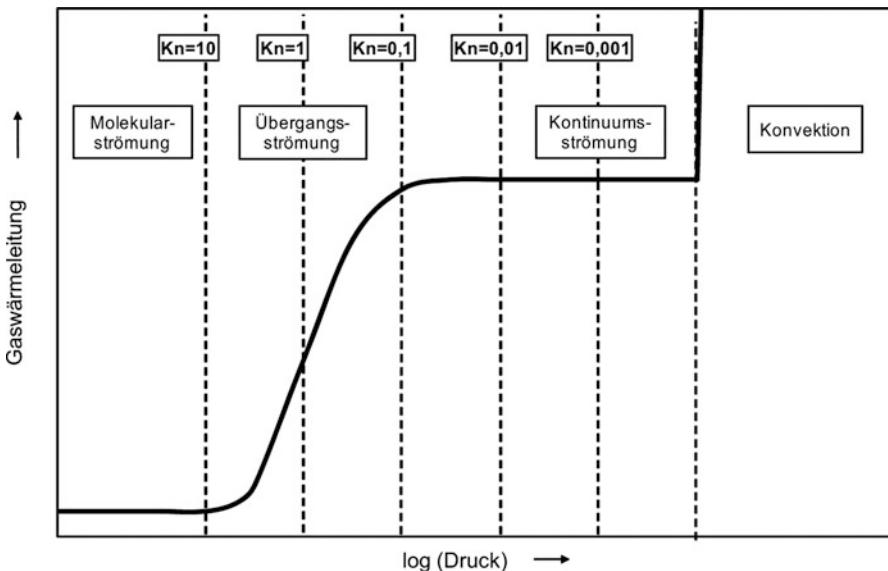


Abb. 14 Einfluss des Druckes auf die Gaswärmeleitung

einen Emissionsgrad $\varepsilon = 0,03$ hat, ist bei einer Schichtdicke des Gaskondensats von 1 cm mit einem Wert $\varepsilon = 0,9$ zu rechnen.

Die vom Flächenelement dA eines schwarzen bzw. grauen Körpers der Temperatur T frei abgestrahlte Leistung, d. h. die von dA insgesamt nach allen Richtungen ausgehende Energie-(Wärme-)Stromstärke dI , ist nach Stefan-Boltzmann, wenn $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K}^4)$ die Stefan-Boltzmann-Konstante ist,

$$dI = \varepsilon \sigma T^4 dA \quad (4)$$

Der Emissionsgrad ε ist für einen schwarzen Körper $\varepsilon=1$; für einen grauen Körper ist $\varepsilon < 1$, unabhängig von der Wellenlänge bzw. Frequenz im Strahlungsspektrum. Nur für $\varepsilon \leq 1=\text{const}$ gilt Gl. 4. Zur Abschätzung der in kryotechnischen Apparaturen auftretenden Strahlungsverluste kann diese Gültigkeit mit ausreichender Näherung vorausgesetzt werden. Ein Körper K2 mit der höheren Temperatur T_2 wird also – wie Gl. 4 nahelegt – einem Körper K1 der niedrigeren Temperatur T_1 mehr Energie zustrahlen als umgekehrt, so dass ein dauernder Energiestrom $I_{\text{Strahlung}}$ von K2 nach K1 fließt. Die Größe von $I_{\text{Strahlung}}$ hängt auch von der Geometrie der Körper 1 und 2 ab; nur für einfache geometrische Anordnungen ergeben sich einfache Strahlungsformeln. Solch einfache Anordnungen sind konzentrische Zylinder, konzentrische Kugeln oder parallele Ebenen, wenn man voraussetzt, dass die Randstörungen, die durch die endliche Ausdehnung (Ränder) der Gebilde bedingt sind, vernachlässigbar sind. Dazu müssen die Linearausdehnungen der strahlenden Flächen A_1 und A_2 der Körper K1 und K2 groß gegen den (überall gleichen) Abstand von A_1 und A_2 sein.

Umgibt der Körper 2 (strahlende Fläche A_2 , Temperatur T_2 , Emissionsgrad ε_2) den Körper 1 (A_1 , $T_1 < T_2$, ε_1) konzentrisch, so findet man für die Strahlungsstromstärke [36]

$$I_{\text{Strahlung}, 2 \rightarrow 1} = A_1 \frac{\sigma}{\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{A_1}{A_2} \left(\frac{1}{\varepsilon_2} - 1 \right)} (T_2^4 - T_1^4). \quad (5)$$

Ist $T_1 > T_2$, so wird I negativ, d. h., dass der Strom von 1 nach 2 fließt. Der Strahlungsstrom zwischen parallelen Ebenen ergibt sich aus Gl. 5 für $A_1 = A_2$.

Führt man die diese Anordnung kennzeichnende „Strahlungskenngröße“ C_S

$$C_S = \frac{\sigma}{\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{A_1}{A_2} \left(\frac{1}{\varepsilon_2} - 1 \right)} \quad (6)$$

ein, so lässt sich Gl. 4 in der folgenden Form schreiben:

$$I_{\text{Strahlung}, 2 \rightarrow 1} = A_1 \cdot C_S (T_2^4 - T_1^4) \quad (7)$$

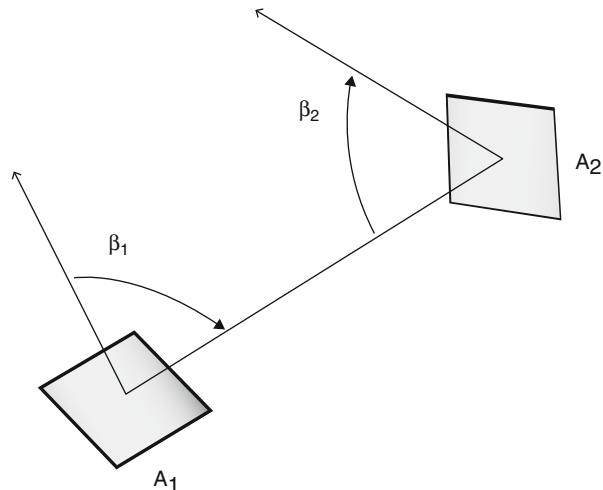
Beispiel 2

Der Heliumbehälter (innerer Teil des Dewargefäßes 2) des in Abb. 6 dargestellten Kryostaten habe eine abstrahlende Fläche (Zylinder plus ebener Boden (oder Kugelzone)) $A_1 = 1,42 \text{ m}^2$, seine Temperatur sei $T_1 = 4 \text{ K}$. Er ist konzentrisch von einem ähnlich geformten Mantel der Fläche $A_2 = 1,58 \text{ m}^2$ umgeben, der durch das Stickstoffbad 3 auf der Temperatur $T_2 = 77 \text{ K}$ gehalten wird. Behälter und Mantel bestehen aus Kupfer, das bei der Herstellung poliert wurde und erfahrungsgemäß im Langzeitbetrieb den Emissionsgrad $\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = 0,1$ besitzt. Für $\varepsilon_2 = 0,1$ und den Wert $A_1/A_2 = 0,9$ sowie $\varepsilon_1=0,1$ berechnet man $C_S = 0,313 \cdot 10^{-8} \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K}^4)$. Dann gibt Gl. 7 die Strahlungsstromstärke $I_{\text{Strahlung}, 2 \rightarrow 1} = 0,16 \text{ W}$. Würde man auf die Stickstoffkühlung des äußeren Mantels verzichten, so wäre $T_2 \cong 300 \text{ K}$ und es ergäbe sich $I_{\text{Strahlung}, 2 \rightarrow 1} = 36,8 \text{ W}$.

In den meisten Fällen, bei denen zwei Flächen im Raum im Strahlungswärmeaustausch stehen, kann man nicht wie im vorangegangenen Abschnitt davon ausgehen, dass die gesamte von der einen Oberfläche emittierte Strahlung auf die andere Fläche auftrifft. Die Berechnung des Strahlungsaustausches zwischen diesen Flächen bezieht sich also darauf herauszufinden, welcher Energiebeitrag der von der einen Fläche emittierten Energie auf die andere trifft und dann absorbiert wird. Dies ist eine rein geometrisch zu lösende Aufgabe. In Abb. 15 ist die Situation zweier beliebig im Raum liegender Flächen zueinander dargestellt.

Die Winkel β bezeichnen die Winkel zwischen der Verbindungsline der Länge s zwischen den beiden Flächenelementen und deren Flächennormalen. Für diesen allgemeinen Fall ergibt sich die Strahlungskenngröße C_{12} zu

Abb. 15 Herleitung des Strahlungswärmeaustauschs zwischen zwei beliebigen Flächenelementen



$$C_{12} = \frac{\sigma \cdot \varepsilon_1 \cdot \varepsilon_2 \cdot \phi_{12}}{1 - (1 - \varepsilon_1) \cdot (1 - \varepsilon_2) \cdot \phi_{12} \cdot \phi_{21}} \quad (8)$$

mit den Einstrahlzahl genannten Größen ϕ_{ij} :

$$\phi_{12} = \frac{1}{\pi \cdot A_1} \int \int_{A_1 A_2} \frac{\cos \beta_1 \cdot \cos \beta_2}{s^2} \, dA_1 \, dA_2 \quad (9)$$

Auch diese Formel gilt nur unter Vernachlässigung der Wiederabsorption der von der einen Fläche reflektierten Strahlung durch die andere, was gut erfüllt ist, wenn beide Flächen hohe Emissivitäten haben oder großen Abstand. Genaue Rechnungen sind schwierig und umständlich [36]. In der Praxis entnimmt man die Einstrahlzahlen aus Tabellenwerken [37].

Diffuse Strahlung, d. h. solche mit einem konstanten und richtungsunabhängigen Emissionsgrad, folgt der Kosinusverteilung, die in ► Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“ für die Teilchenströmung eingeführt wurde. Im Prinzip können die Photonen der Strahlung behandelt werden wie Teilchen im Bereich der freien molekularen Strömung. Für exotische Geometrien kann man daher die Einstrahlzahlen mit Monte-Carlo Methoden berechnen; die Vorgehensweise ist dabei sehr ähnlich wie bei der Berechnung von Partikelbahnen (vgl. die Ausführungen hierzu in ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“).

Die Wärmeeinstrahlung wird verringert, indem die strahlende Gehäuseinnenoberfläche mit einer kleinen Emission versehen wird (z. B. Elektropolieren mit $\varepsilon=0,01$). Der resultierende Strahlungswärmeeintrag muss in den meisten Fällen jedoch noch weiter verringert werden.

Wird die Kaltfläche statt mit einer Fläche von $T=300$ K mit einem stickstoffgekühlten Strahlungsschutz (Baffle) der Temperatur $T=77$ K umgeben, so hat der durch Strahlung auftretende Wärmestrom weniger als 1 % des Wertes, der bei

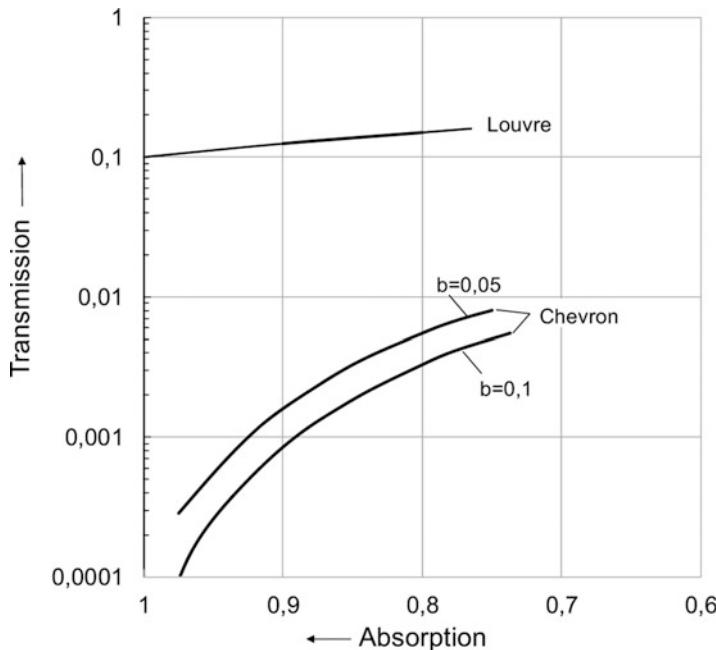


Abb. 16 Transmissionskoeffizient für Wärmestrahlung bei einem Baffle (Öffnungswinkel 60° , Verhältnis Durchmesser/Höhe = 6,8) dessen Flächen die Überlappung b und eine bestimmte Absorption aufweisen

einer Wandtemperatur $T=300$ K auftrate (siehe Beispiel 2). Ein solches Baffle besteht meistens aus Blenden bzw. abgewinkelten Blechen (Chevrons). Diese sind optisch dicht und häufig geschwärzt (Absorption a nahe 1), um möglichst wenig reflektierte Strahlung auf die Kaltfläche gelangen zu lassen. Die resultierende Wärmelast setzt sich dann zusammen aus der transmittierten Strahlung von 300 K durch das Schild und die volle Strahlung von der Schildtemperatur auf die pumpenden Kaltflächen. Das Schild führt auch zu einer Minimierung des Enthalpieanteils in Gl. 3, da die gepumpten Teilchen im Regelfall komplett thermisch akkomodieren, d. h. nicht mit Umgebungstemperatur, sondern nur noch mit Schildtemperatur einfallen.

Abb. 16 zeigt beispielhaft die Abhängigkeit der Transmission von der Absorption für zwei klassische Bafflegeometrien [38]. Baffles haben einen Strömungswiderstand und verringern demzufolge das Saugvermögen der Kryopumpe.

4.1.2 Wärmeleitung

Für den Wärmeleitungsstrom I_{Leitung} durch einen Draht oder Stab vom konstanten Querschnitt A und der Länge L , zwischen dessen Enden die Temperaturdifferenz $T_2 - T_1$ ($T_2 > T_1$) liegt und der keinen seitlichen Wärmeverlust (etwa durch Strahlung) aufweist, ergibt sich die Gleichung

$$I_{\text{Leitung}} = \frac{A}{L} \int_{T_1}^{T_2} \lambda(T) dT \quad (10)$$

$\lambda(T)$ ist die temperaturabhängige Wärmeleitfähigkeit des Stabmaterials, die längs des Stabes wegen des Temperaturabfalls verschieden ist.

In Tab. 3 sind Werte des in der Gl. 10 auftretenden „Wärmeleitungsintegrals“ für einige in der Kryotechnik häufiger verwendete Werkstoffe zusammengestellt. Dabei wurde die untere Grenze des Integrals gleich 4 K gesetzt, die obere Grenze läuft schrittweise von 6 K bis 300 K. Der Wert des Integrals für ein Intervall T_3-T_4 ergibt sich durch Subtraktion

$$\int_{T_3}^{T_4} \lambda(T) dT = \int_{T=4\text{K}}^{T_4} \lambda(T) dT - \int_{T=4\text{K}}^{T_3} \lambda(T) dT \quad (11)$$

Die Wärmezufuhr durch Wärmeleitung über Apparaturteile kann somit durch konstruktive Maßnahmen vernachlässigbar klein gemacht werden.

Beispiel 3

Das aus Edelstahl bestehende Halsrohr eines Kryostaten hat die Abmessungen: Außendurchmesser $D=50$ mm, Wanddicke $s=0,4$ mm, Länge $L=320$ mm. Der Querschnitt ergibt sich zu

$$A = 3,14(25^2 - 24,6^2)\text{mm}^2 = 62,3 \text{ mm}^2 = 0,623 \text{ cm}^2$$

Das Halsrohr hat an seinem unteren Ende Heliumtemperatur $T_1=4$ K, während es am oberen Ende durch wärmeleitende Verbindung mit dem stickstoffgekühlten Strahlungsschild auf einer Temperatur $T_2=80$ K gehalten wird. Aus Tab. 3 wird der Wert des Wärmeleitungsintegrals für Edelstahl für das Intervall zwischen T_1 und T_2 abgelesen zu

$$\int_{T_1=4\text{K}}^{T_2=80\text{K}} \lambda(T) dT = 3,49 \text{ W/cm}$$

Damit ergibt sich nach Gl. 10 für den Wärmeleitungsstrom $I_{\text{Leitung}}=68$ mW.

In Abb. 17 ist die Wärmeleitfähigkeit λ verschiedener Gaskondensate in Abhängigkeit von der Temperatur T dargestellt. Die zum Vergleich eingezeichneten Wärmeleitfähigkeitskurven einiger anderer Werkstoffe zeigen, dass feste Gase eine vergleichbar große Wärmeleitfähigkeit haben können.

Die hier dargestellten Kurven gelten für sehr reine, teilweise als Einkristall vorliegende und teilweise polykristalline Proben. Abweichungen in der Struktur der Schichten, insbesondere die Ausbildung lockerer, schneeartiger oder amorpher Kondensate,

Tab. 3 Wärmeleitungsintegrale für einige in der Kryotechnik häufig verwendete Werkstoffe

$\frac{T_2}{K}$	$\int_{T_1=4K}^{T_2} \lambda(T) dT$	W/cm				W/cm		W/cm	
Kupfer	Electrol. Zähkupfer	Phosph. desoxid.	Manganin	Messing	Aluminium	Edelstahl AISI 303, 304, 316, 317	Glas Pyrex Quarz Borsilikat	Kunststoffe	
6	8,0	0,176		0,053	1,38	0,0063	2,11	1,13	
10	33,2	0,785		0,229	6,07	0,0293	6,81	4,4	
20	140	3,95		1,12	27,6	0,163	20,0	16,4	
40	406	16,4	1,54	4,76	96,2	0,824	58,6	50,8	
60	587	35,5	3,74	10,4	170	1,98	115	93,6	
76	686	53,9	5,76	16,2	220	3,17	175	85,9	
80	707	58,9	6,28	17,7	232	3,49	194	130	
100	802	85,8	8,98	26,5	284	5,28	292	187	
120	891	115	11,8	36,5	330	7,26	408	237	
140	976	146	14,7	47,8	376	9,39	542	287	
160	1060	180	17,8	60,3	420	11,7	694	139	
180	1140	215	21,0	73,8	464	14,1	858	187	
200	1220	253	24,3	88,3	508	16,6	1030	237	
250	1420	353	33,4	128	618	23,4	1500	269	
300	1620	461	43,8	172	728	30,6	1990	336	

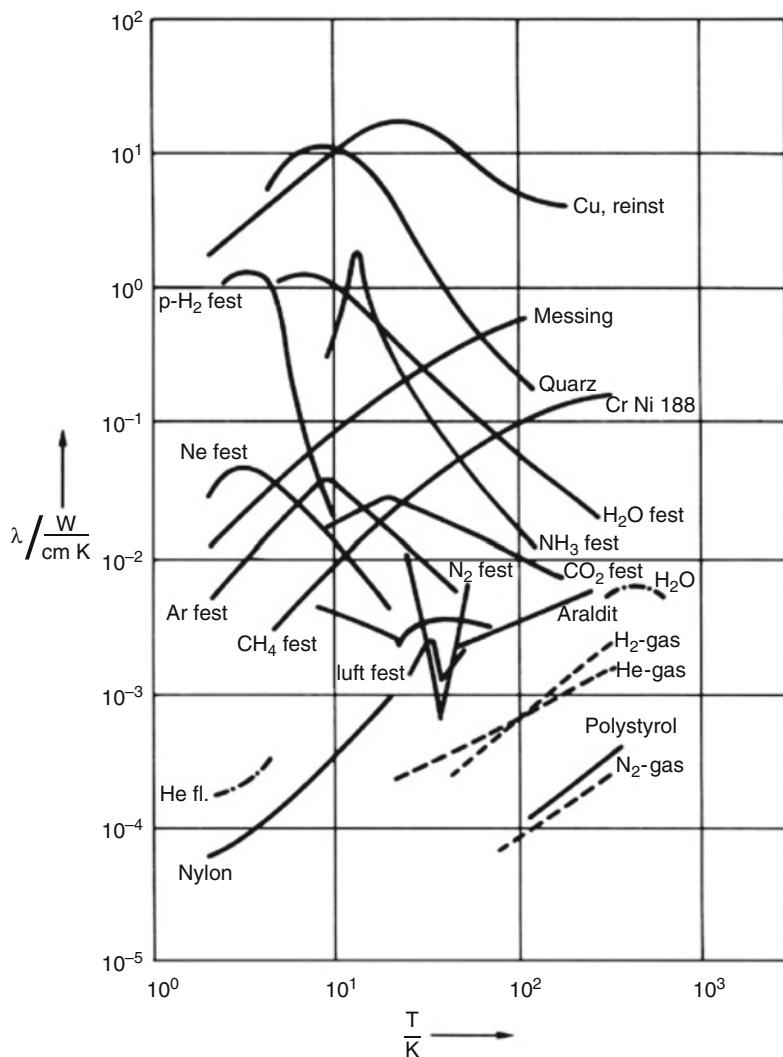


Abb. 17 Wärmeleitfähigkeit fester Gaskondensate

kann die Wärmeleitfähigkeit um ein bis zwei Zehnerpotenzen verringern. Der Wärmeleitwert des Kondensats ist bei der Entstehung dicker Schichten von besonderem Interesse. Mit wachsender Schichtdicke, d. h. wachsendem Wärmeübertragungswiderstand, nimmt die Oberflächentemperatur des Kondensats zu. Das bedeutet aber, dass das Saugvermögen der Kryopumpe mit zunehmender Schichtdicke mehr und mehr abnimmt, ja sogar den Wert Null erreichen kann. Innerhalb gewisser Grenzen lässt sich dieser Effekt durch Absenken der Kaltflächentemperatur ausgleichen. Dies führt jedoch zur Erhöhung der aufzuwendenden Kälteleistung.

4.2 Vakuumtechnisch konstruktive Merkmale

Wie oben ausgeführt, weisen Kryopumpen große Pumpwahrscheinlichkeiten auf. Das maximale Saugvermögen S_{id} , das eine Kryopumpe im Hochvakuum über den Eintrittsquerschnitt A aufbringen kann ist identisch mit dem maximal möglichen Volumenstrom, der diese Fläche durchfließt. Dieser wurde in ► Kap. 3, „[Gasgesetze und kinetische Gastheorie](#)“ aus der kinetischen Gastheorie für die freie molekulare Strömung hergeleitet. In diesem Idealfall werden alle Teilchen gepumpt, es gibt keine Reflexionen oder Rückströmung. Im realen Fall ist das tatsächliche Saugvermögen immer kleiner. Diese Verminderung wird durch die Einfangwahrscheinlichkeit P_c beschrieben, die angibt, welcher Anteil der eintreffenden Gasteilchen gepumpt wird. Somit ergibt sich:

$$S = P_c \cdot S_{\text{id}} = P_c \cdot \frac{c}{4} \cdot A = P_c \cdot \sqrt{\frac{R \cdot T}{2 \cdot \pi \cdot M}} \cdot A \quad (12)$$

Diese Gleichung verliert ihre Gültigkeit, wenn die Pumpe nahe an ihrem Enddruck betrieben wird (vgl. die allgemeinere Betrachtung in ► Kap. 23, „[Kenngrößen und Anwendungen von Kryopumpen](#)“). Das Saugvermögen ist also eine Funktion der Pumpgeometrie (P_c, A) und des zu pumpenden Gases (T, M). Die Einfangwahrscheinlichkeit selbst ist eine komplizierte Funktion des Gases und vor allem der Geometrie, die für jede Pumpe individuell mit Monte-Carlo-Simulationen berechnet werden muss. Die Einfangwahrscheinlichkeit ein und derselben Pumpe kann für He im Vergleich mit N₂ um mehr als einen Faktor 5 kleiner sein; dies wird jedoch durch die reziproke Wurzelabhängigkeit von der Molmasse teilweise kompensiert.

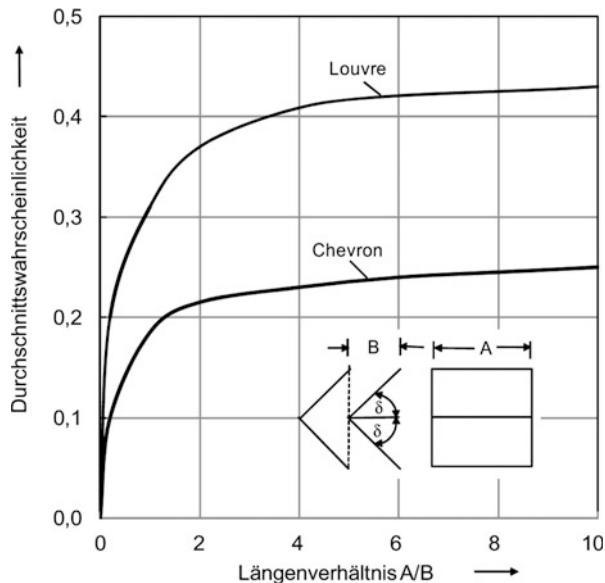
Das ideale Saugvermögen wird für eine reale Pumpe zunächst herabgesetzt durch die begrenzte Durchtrittswahrscheinlichkeit auf dem Weg des Teilchens aus dem Behälter an die Pumpfläche, und danach durch die nicht 100 %-ige Haftwahrscheinlichkeit s des Teilchens an der Pumpfläche. Die Haftwahrscheinlichkeit gibt das Verhältnis der Teilchen an, die auf der Pumpfläche haften bleiben, bezogen auf die Anzahl aller Teilchen, die auf die Pumpfläche treffen.

Während die Durchtrittswahrscheinlichkeit eine geometrische Konstante der Kryopumpenanordnung ist (solange nicht Eisschichten die Durchtrittsspalte durch die Baffles wesentlich verschmälen), gilt dies für den zweiten nur bei Kondensationspumpen. Für Kryosorptionspumpen ist die Haftwahrscheinlichkeit in komplexer Weise von der Beladung (zu pumpendes Gas und eventuell vorher bereits akkumuliertes Fremdgas) abhängig und verändert sich somit während der Betriebszeit der Pumpe. Damit lässt sich die Einfangwahrscheinlichkeit P_c einer Pumpe auf den Geometrieeinfluss (ausgedrückt durch die Durchtrittswahrscheinlichkeit w) und die physikalische Wechselwirkung (ausgedrückt durch die Haftwahrscheinlichkeit s) zurückführen. Beide Einflüsse können separat optimiert werden. Für komplizierte Geometrien können die Abhängigkeiten nur durch Monte-Carlo Simulation bestimmt werden [39].

Im vereinfachten Fall einer parallelen Geometrie (d. h. das Schild ist parallel zur Kaltfläche angeordnet) kann die folgende Gleichung für eine Abschätzung verwendet werden:

Abb. 18

Durchtrittswahrscheinlichkeit bei einem Baffle (Winkel $\delta=45^\circ$) in Abhängigkeit des Verhältnisses aus Durchmesser A und Überlappung B



$$\frac{1}{P_c} = \frac{1}{s} + \frac{1}{w} - 1 \quad (13)$$

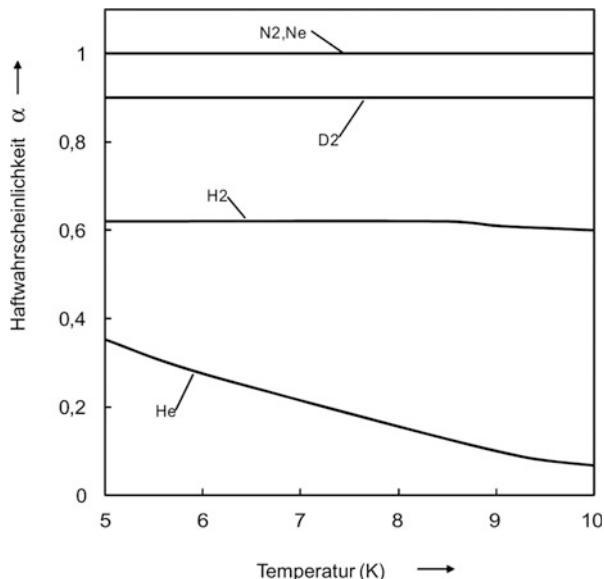
Abb. 18 zeigt einige Zahlenwerte für die Durchtrittswahrscheinlichkeit der am häufigsten verwendeten Baffle-Bauelemente [40, 41]. In Verbindung mit Abb. 16 wird deutlich, dass für ein solides Kryopumpendesign ein Kompromiss zwischen der Forderung nach geringer Wärmelast und hohem Pumpenwirkungsgrad gefunden werden muss, der je nach Anwendungsfall verschieden ausfallen kann.

Die Haftwahrscheinlichkeiten nehmen für die Kondensation (schwere Gase) den Wert 1 an. Für die Sorption (leichte Gase) ergeben sich Haftwahrscheinlichkeiten, die kleiner sind als 1, in der Regel aber im üblichen Betriebstemperaturbereich der Kryopumpe noch als konstant anzusehen sind, wie in Abb. 19 beispielhaft für die Kryosorption an Aktivkohle dargestellt [39]. Ausnahme hiervon ist die Sorption von Helium, wofür starke Abhängigkeiten von der Temperatur berücksichtigt werden müssen, um die Betriebszeiten optimal gestalten zu können.

Das Konzept der Eintrittswahrscheinlichkeit ist für das Design von Vakuumsystemen sehr hilfreich, da es erlaubt, das Design der Pumpe selbst vom Restsystem abzukoppeln („Reverse Engineering“). Häufig ist eine spezielle Aufgabe des Vakuumsystems vorgegeben (z. B. an einem bestimmten Ort im Behälter einen bestimmten Druck bei einem bestimmten Gasdurchfluss aufrecht zu erhalten) und die benötigte Größe der Kryopumpe gesucht. Hier kann man nun mit entsprechenden Rechenprogrammen die Kryopumpe durch eine Einfangwahrscheinlichkeit beschreiben, die solange variiert wird, bis die Systemanforderungen erfüllt werden. Steht die geforderte Eintrittswahrscheinlichkeit fest, kann man im nächsten Schritt an das Detaildesign der Kryopumpe gehen [42].

Abb. 19

Haftwahrscheinlichkeiten verschiedener Gase an unbeladener Kokosnuss-Aktivkohle (granular, verklebt)



4.3 Konstruktionsprinzipien

Jede Kryopumpe besteht aus den drei wesentlichen Teilen Pumpfläche, thermisches Eintrittsschild und Kryoversorgung. Für den Anwender stellt die Art der Kryoversorgung das Hauptklassifizierungsmerkmal dar. Für Kryopumpen gelten die gleichen konstruktiven Richtlinien, wie sie im Abschn. 2 für Kryostate beschrieben werden. Es gibt also Kryopumpen, die ein Kältemittelbad enthalten, solche, die nach dem Verdampferprinzip aufgebaut sind und schließlich solche, die mit einem Kryogenerator (Refrigerator) betrieben werden. Die Konstruktion der Pumpe und die Art der Kältemittelversorgung können in weiten Grenzen variiert und damit sehr unterschiedlichen praktischen Anwendungsfällen angepasst werden. Dies wird im Folgenden an Hand einiger bewährter Ausführungen gezeigt.

Neben den klassischen LHe-Bad-Kryopumpen und den kryogen-freien Refrigrator-Kryopumpen gibt es noch eine Vielzahl von Sonderbauformen, die mit Kryogen als Betriebsmittel versorgt werden (entweder flüssig (LHe, LN) oder mit superkritischem Heliumgas bei den üblichen Temperaturen 4 und 80 K). Da das Design der Kryopumpelemente mit den oben beschriebenen Werkzeugen und einiger Erfahrung genügend genau durchführbar ist, können Kryopumpen entwickelt werden, die speziell an den zur Verfügung stehenden Platz angepasst werden können. Außerdem gibt es die Möglichkeit, die Kryogen-Kryopumpen direkt innerhalb des Vakuumrezipienten zu installieren. In diesem Fall können die leitwertvermindernden Effekte eines Anschlussflansches vermieden werden. ► Kap. 23, „Kenngrößen und Anwendungen von Kryopumpen“ stellt einige Sonderbauformen genauer vor.

4.3.1 Bad-Kryopumpen

Dieser Pumpentyp ist für kommerzielle Anwendungen nicht mehr interessant, eignet sich aber gut, um die typischen Gesichtspunkte des Kryopumpdesigns zu illustrieren. Die der Vakuumseite zugewandte, pumpende Fläche steht in direktem Kontakt mit einem Bad flüssigen Heliums. Je nach Anwendungsfall kann als Pumpfläche eine blanke Metallplatte (Kupfer, Aluminium, Edelstahl) oder eine mit Aktivkohle bedeckte Platte verwendet werden. Um die Standzeit zu erhöhen und die Temperatur gut zu halten, wird die Pumpfläche mit passiv gekühlten Baffles geschützt, die mit einem mit Flüssigstickstoff gefüllten Badbehälter in Verbindung stehen.

Die einfachste, in Abb. 20 dargestellte Form der Kryopumpe entspricht im Prinzip der wohlbekannten Kühlzelle. Die Wand des mit flüssigem Helium gefüllten inneren Behälters 1 bildet die pumpende Kaltfläche 8. Der Heliumbehälter ist im Hinblick auf einen niedrigen Heliumverbrauch von einem stickstoffgekühlten Strahlungsschutz 7 umgeben. Da dieser als optisch dichtes Baffle ausgebildet ist, kann nicht das volle Saugvermögen der Kaltfläche genutzt werden. Beim Pumpen von Gasgemischen, die höhersiedende Komponenten enthalten, ist jedoch auch der Strahlungsschutz eine selektiv wirkende Pumpe.

Dass auch Bad-Kryopumpen speziellen Anforderungen angepasst werden können, zeigt eine in jeder Hinsicht optimierte Bad-Kryopumpe nach Abb. 21, die von Benvenuti in den 1970er-Jahren am CERN entwickelt wurde. Sie kann bei einer Temperatur der Kaltfläche von 2,3 K betrieben werden und hat in diesem Falle – je nach Pumpengröße – für Wasserstoff ein Saugvermögen von 4500 und 1100 L/s. Der erreichbare Enddruck beträgt ca. 10^{-11} Pa. Pumpen dieser Konstruktion sind mit einem Isolievakuum versehen; dadurch ist der Verbrauch an flüssigem Helium sehr gering, zumal auch der Strahlungsschutz mit kaltem Heliumgas gekühlt wird.

Abb. 22 zeigt Photographien einer fertigten Bad-Kryopumpe.

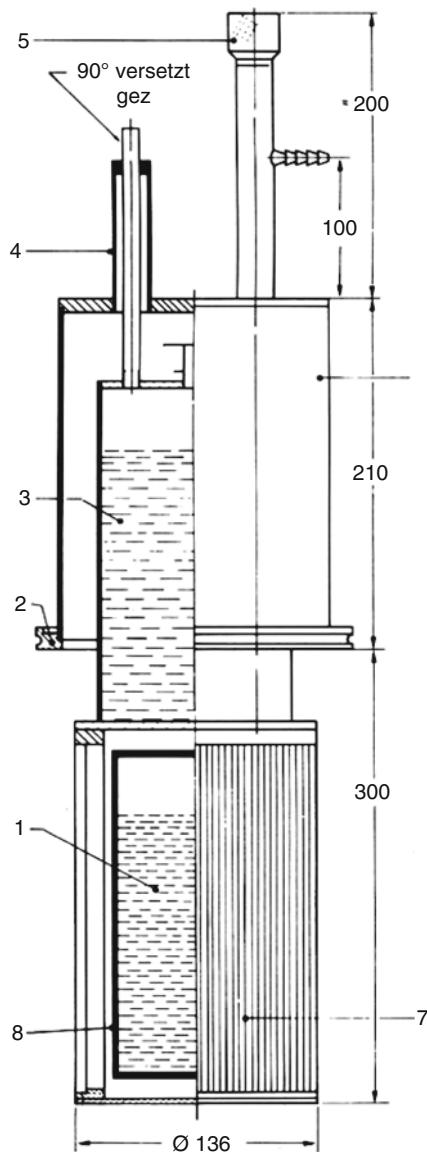
Für spezielle Anwendungen kann man Kryopumpen unter Einsatz von Standard-Heliumverflüssigern im Refrigeratorbetrieb „maßschneidern“. Solche Pumpen wurden für Anwendungen in der Kernfusion entwickelt, vgl. ► Kap. 23, „Kenngrößen und Anwendungen von Kryopumpen“.

4.3.2 Refrigerator-Kryopumpen

Die moderne Alternative zur Badkryopumpe ist die Refrigerator-Kryopumpe, deren Kälteversorgung durch eine Gaskältemaschine aufgebracht wird, in aller Regel nach dem Gifford McMahon-Prinzip (Abschn. 2.1.2). Der Refrigerator arbeitet mit Heliumgas im geschlossenen Kreislauf und besteht aus einer zwangsgekühlten (Wasser oder Luft) Kompressoreinheit und einem Kaltkopf mit zwei Temperaturstufen, der über flexible Druckleitungen (also räumlich getrennt) mit der Kompressoreinheit verbunden ist. Dieser Pumpentyp wird daher auch „kryogen-frei“ genannt.

Auf den Kaltkopf eines zweistufigen Gifford-McMahon-Refrigerators lässt sich gut eine Refrigerator-Kryopumpe aufbauen (Abb. 23). Mit der ersten Stufe sind Strahlungsschild und Baffle der Kryopumpe mechanisch kontaktiert. Mit der zweiten Stufe sind die Kaltflächen kontaktiert. Diese sind als ebene gekröpfte Kupferbleche ausgebildet, die sich in geringem Abstand gegenüberstehen. Die einander zugekehrten Seiten (Innenseiten) dieser Bleche sind mit Aktivkohle belegt. Geometrie der

Abb. 20 Badkryopumpe:
 1 flüssiges Helium im Tank
 8 (Inhalt 1,25 L);
 2 Anschlussflansch DN 150;
 3 flüssiger Stickstoff
 (Tankinhalt 1,5 L); 4 LN₂-
 Füll- und Abgasstutzen;
 5 LHe-Einlass mit seitlichen
 Abgasstutzen; 6 Außenmantel;
 7 Baffle; 8 Heliumgekühlte
 Kondensationsfläche;
 Saugvermögen für N₂:
 2250 L/s; Saugvermögen für
 H₂: 7000 L/s; LHe-Verbrauch
 bei 4,2 K und $p < 10^{-5}$ mbar
 0,035 L/h; LHe-Standzeit bei
 4,2 K und $p < 10^{-5}$ mbar 35 h;
 LN₂-Verbrauch bei 4,2 K und
 $p < 10^{-5}$ mbar 0,75 L/h



Anordnung und Oberflächenbeschaffenheit der tiefgekühlten Bleche (Kaltflächen) sorgen dafür, dass bei den oben angegebenen Temperaturen der zweiten Stufe alle leicht kondensierbaren Gase vorzugsweise an den Außenflächen in die feste Phase kondensieren, während die schwer kondensierbaren Gase (Wasserstoff, Neon, Helium) an den mit Aktivkohle belegten Innenflächen sorbiert werden.

Die erste Stufe wird mit einer Kälteleistung zwischen 10 und 80 W – je nach Refrigeratortyp und in Abhängigkeit von der Belastung – auf eine Temperatur von

Abb. 21 CERN-Badkryopumpe mit langer Standzeit zum Erzeugen extrem niedriger Gasdrücke:
1 Anschlussflansch; 2 Spalt;
3 Baffle; 4 pumpende Fläche
(Kondensationsfläche);
5 flüssiges Helium; 6 mit Ne gefülltes Volumen zum Erzeugen des Isolievakuums;
7 Strahlungsschutz (innen Ag-plattierte außen geschwärzt); 8 Hals, kupferplattierte; 9 flüssiger Stickstoff; 10 Schutzgehäuse (silberplattierte)

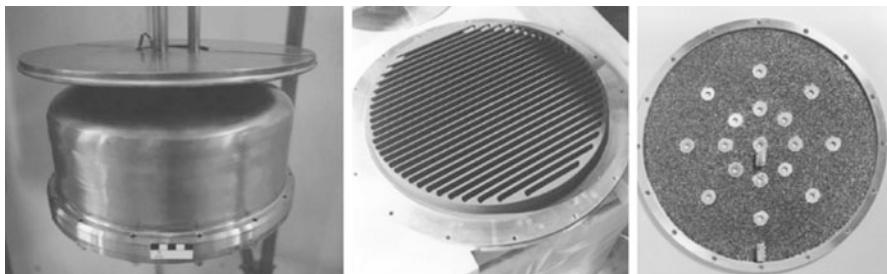
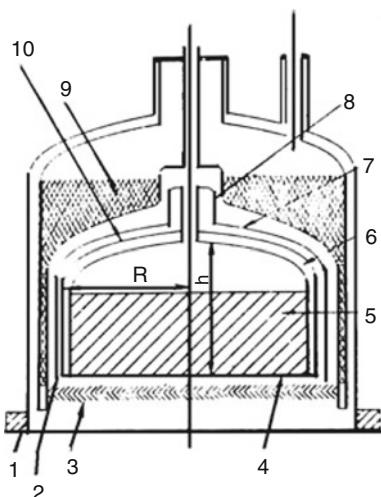


Abb. 22 Bauelemente einer LHe-Badkryopumpe. Links: LHe-Behälter aus Edelstahl. Mitte: Baffle aus Kupfer, optisch geschwärzt. Rechts: Pumpfläche aus Aluminium, mit Aktivkohle beklebt

50 bis max. 80 K gekühlt. An der zweiten Stufe steht eine Kälteleistung von 2 W–5 W bei einer Temperatur zwischen 8 und 20 K – je nach Last – zur Verfügung. Inzwischen sind auch GM-Kältemaschinen mit ausreichenden Kälteleistungen (einige W) bis herunter zu 4 K verfügbar. Zusammen mit der Verwendung eines Sorbensmaterials für die zweite Stufe kann damit auch Helium effektiv gepumpt werden.

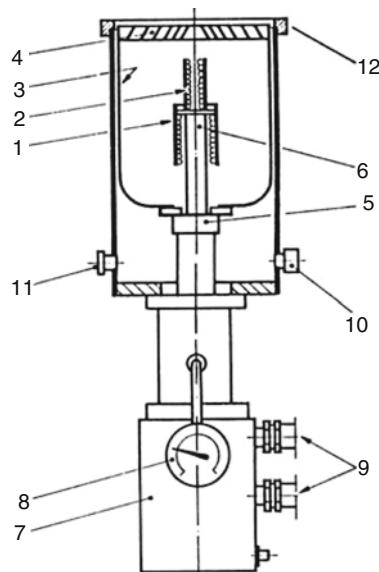
Beispiel 4

Für eine mit einem Louvre-Baffle geschilderte Refrigerator-Pumpe mit 10 K Kryopaneltemperatur (Abb. 23) ergeben sich die folgenden vakuumtechnischen Kennwerte:

Schwere Gase werden direkt am Baffle mit folgenden Kennwerten gepumpt: $s=1$, $w=1$, $P_c=1$. Mit Gl. 12 berechnet sich das flächenspezifische Saugvermögen z. B. für Wasser (bezogen auf 300 K) zu: $14,9 \text{ L}/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$.

Stickstoff wird auf der Vorderseite des Kryopanels über Kondensation gepumpt. Mit einer angenommenen Durchtrittswahrscheinlichkeit des Baffles von $w=0,4$

Abb. 23 Refrigerator-Kryopumpe mit integriertem Kaltkopf: 1 Kaltfläche der 2. Stufe (Pumpfläche); 2 Adsorptionsmittel (Innenbelag der Kaltfläche); 3 Strahlungsschild; 4 Baffle; 5 Kaltkopf 1. Stufe; 6 Kaltkopf 2. Stufe; 7 Kaltkopf-Motor mit Gehäuse und elektrischen Anschlüssen; 8 Manometer für Wasserstoff-Dampfdruckthermometer; 9 He-Gasanschlüsse zum Kompressor; 10 Sicherheitsventil; 11 Vorpakum-Anisichlußflansch; 12 Hochvakuum-Anschlussflansch



(Abb. 18) und Verwendung der Näherungsformel (Gl. 13) ergeben sich die Pumpenkennwerte zu: $s=1$, $w=0,4$, $P_c=0,4$. Das flächenspezifische Saugvermögen berechnet sich zu: $4,8 \text{ L}/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$.

Wasserstoff und *Helium* werden auf der Rückseite des Kryopanels (mit Aktivkohle belegt) über Sorption gepumpt.

Die Pumpenkennwerte betragen für Wasserstoff: $s=0,6$, $w=0,4$, $P_c=0,32$ (der zusätzliche Leitwertverlust zwischen Kryopanelvorderseite und -rückseite wird vernachlässigt). Das flächenspezifische Saugvermögen berechnet sich zu: $14,3 \text{ L}/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$. Für Helium ergibt sich mit einer noch kleineren Haftwahrscheinlichkeit (Abb. 19): $s=0,05$, $w=0,4$, $P_c=0,05$. Das flächenspezifische Saugvermögen berechnet sich zu: $1,6 \text{ L}/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$.

Das Beispiel zeigt deutlich, dass die Kryopumpe die verschiedenen Gasarten an verschiedenen Stellen mit verschiedenen gasspezifischen Saugvermögen pumpt. Bei einem ausgewogenen Kryopumpdesign sollten Durchtrittswahrscheinlichkeit und Haftwahrscheinlichkeit in einem „passenden“ Verhältnis stehen. Durch die deutlich kleinere Haftwahrscheinlichkeit von Helium im Vergleich mit allen anderen Gasen kommt es beim Pumpen von heliumhaltigen Gemischen immer zu Anreicherungseffekten von Helium innerhalb der Pumpe [43].

Die Wechselwirkungen der verschiedenen Prozesse untereinander können sehr komplex sein. So kann z. B. im Fall von Kohlendioxid der Aufbau einer Frostschicht am thermischen Schild einerseits die Durchtrittswahrscheinlichkeit herabsetzen, andererseits zu einem zusätzlichen Kryosorptions-Effekt am Kondensat führen. Kommt es zu einem verstärkten Kondensationspumpen auf der Sorbenschicht, so kann das Saugvermögen für leichtere Gase reduziert werden. Aus diesem Grund ist es nicht einfach, das Pumpen von Gasmischungen vorherzusagen. Ande-

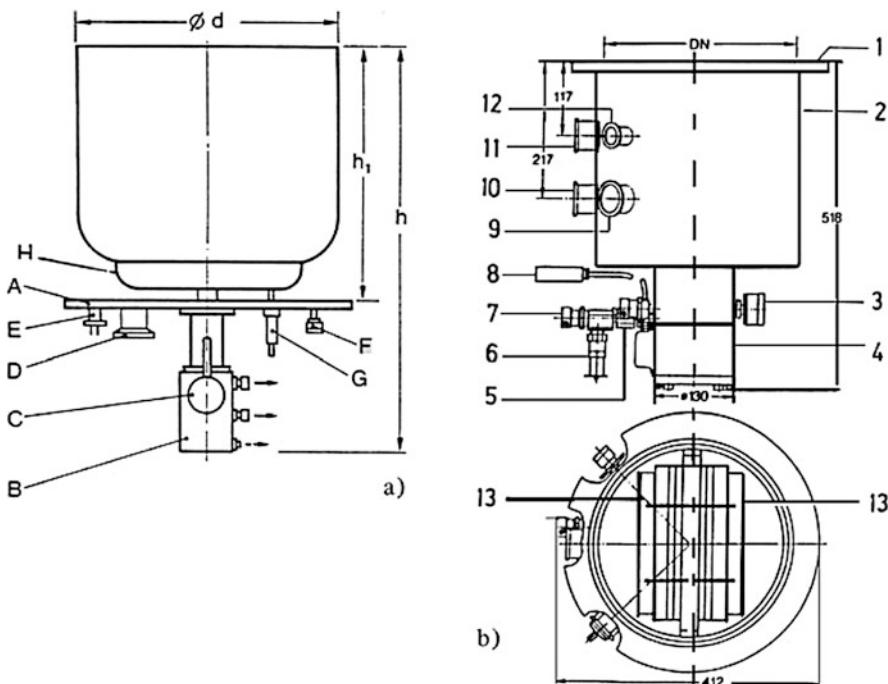


Abb. 24 a Refrigeratorkryopumpe als Einbautyp: A Anschlussflansch für Vakuumbehälter; B Refrigeratorkaltkopf; C Temperaturmessung; D Vorpakummanschluss; E Thermoelement; F Sicherheitsventil; G Zuführung zum Ringtank H für LN₂; h=540 mm–900 mm, h₁ (Strahlenschutz)=240 mm–530 mm, d (Strahlenschutz)=146 mm–484 mm. b Anbautyp, DN=292 mm; 1 Anschlussflansch; 2 Gehäuse; 3 Dampfdruckthermometer; 4 Kaltkopf; 5, 7 He-Anschluss, 6 Sicherheitsventil; 8 elektr. Versorgungskabel; 9 Vorpakummanschluss; 10 Anschluss für Regenerierheizung; 11 Anschluss für Temperaturfühler; 12 Anschluss für Vakuum-Messröhre; 13 Baffle (als Strahlungsschutz)

erseits können diese Effekte auch dazu verwendet werden, Gasmischungen in einzelne Fraktionen zu separieren (vgl. ► Kap. 23, „Kenngrößen und Anwendungen von Kryopumpen“).

Serienmäßig werden Refrigerator-Kryopumpen verschiedener Größe hergestellt, deren Saugvermögen für Luft von 800 L/s bis 60.000 L/s reicht. Je nachdem, wo der Anschlussflansch angebracht ist, kann die Refrigerator-Kryopumpe direkt in den Vakuumbehälter eingebaut (Einbautyp Abb. 24a) oder an den Behälter angebaut werden (Anbautyp Abb. 24b).

Für den Betrieb von großen Kryopumpen mit hohem Saugvermögen sind Refrigeratoren mit entsprechend großen Kälteleistungen erforderlich. Es gibt jedoch auch die Möglichkeit, für die Kühlung der Kaltflächen einen kleinen Refrigerator einzusetzen und Strahlungsschutz und Baffle mit flüssigem Stickstoff (LN₂) zu kühlen, der von einem in den Strahlungsschutz integrierten Behälter (Abb. 24a) aufgenommen wird. Durch die hohe Kühlkapazität von LN₂ können mit solchen Pumpen beträchtliche Mengen von Wasserdampf auch bei höheren Drücken gepumpt

werden. Die Verluste an flüssigem Stickstoff können mit einer automatisch arbeitenden Nachfüllvorrichtung ersetzt werden, die über einen Vakuummantelheber an den Stickstoffbehälter der Kryopumpe angeschlossen werden kann (bei G in Abb. 24a).

Für Prozesse, bei denen kontinuierlich Gas in die Kryopumpe strömt oder eingelassen wird, z. B. beim Sputtern mit Ar, darf ein maximaler Einlassdruck nicht überschritten werden. Dieser ist abhängig von den Kälteleistungen des Refrigerators und den Abmessungen der Kaltflächen: Als Richtwerte für den maximal zulässigen Kesseldruck p_{\max} können für standardmäßige Kryopumpen eingesetzt werden:

$$\begin{aligned} p_{\max} &\approx 0,5 \text{ Pa für N}_2, \text{ Ar} \\ p_{\max} &\approx 0,15 \text{ Pa für H}_2 \end{aligned}$$

Für den Anwender können Refrigerator-Kryopumpen verwendet werden wie andere konventionelle Pumpen, d. h. die einzige Schnittstelle nach außen ist die Stromversorgung (für den Helium-Kompressionskreislauf) und der Anschlussflansch. Damit sind diese Geräte sehr viel einfacher zu handhaben als Bad-Kryopumpen und haben diese in der industriellen Praxis auch völlig ersetzt. Für Halbleiteranwendungen werden in den USA traditionell Kryopumpen eingesetzt [44], während in Europa Turbomolekularpumpen der Vorzug gegeben wird.

Literatur

- Röhlich, I.: Gaskältemaschinen für HTSL-Anwendungen. *KI Luft Kältetech.* **8**, 361–365 (2002)
- Organ, A.J.: Stirling and Pulse-Tube Cryocoolers. Wiley, New York (2005)
- Ackermann, R.A.: Cryogenic Regenerative Heat Exchangers. Plenum Press, New York (1997)
- Frey, H., Haefer, R., Eder, F.X.: Tieftemperaturtechnologie. VDI-Verlag, Düsseldorf (1992)
- Flynn, Th.: Cryogenic Engineering, 2. Aufl. CRC Press, Boca Raton (2004)
- Köhler, J.W.L., Jonkers, C.O.: Fundamentals of the gas refrigerating machine. *Philips Tech. Rev.* **16**, 69–105 (1954)
- McMahon, H.O., Gifford, W.E.: A new low temperature gas expansion cycle parts 1 and 2. *Adv. Cryog. Eng.* **5**, 354–372 (1960)
- Radebaugh, R., et al.: Comparison of three types of pulse tube refrigerators: new methods for reaching 60 K. *Adv. Cryog. Eng.* **31**, 779–789 (1986)
- Xiao, J.H.: Thermoacoustic heat transportation and energy transformation, Parts I–III. *Cryogenics* **35**, 15–35 (1995)
- Jiang, N., et al.: A ^3He pulse tube cooler operating down to 1.27 K. *Cryogenics* **44**, 809–816 (2004)
- Zia, J.H.: Design and operation of a 4 kW linear motor driven pulse tube cryocooler. *Adv. Cryog. Eng.* **49**, 1309–1317 (2004)
- Haas, H., Day, Chr., Herzog, F.: TIMO-2 – a cryogenic testbed for the ITER cryosorption pumps. *Adv. Cryog. Eng.* **57**, 1699–1705 (2012)
- Streible, B., et al.: Operational behaviour of the ASDEX upgrade in-vessel cryopump. *Fusion Eng. Des.* **56–57**, 867–872 (2011)
- Klipping, G.: Cryogenic centres – their tasks and their organization. *Cryogenics* **13**, 197–206 (1973)
- Fellmuth, B.: Tieftemperaturmetrologie. PTB, Berlin. Private Mitteilung (2006)
- Tait, P.G., Dewar J.: Two notes on very perfect vacua. *Proc. Roy. Soc. (Edinburgh)* **8**, 348 und 628 (1874/1875)

17. Maitland, G.C., Rigby, M., Smith, E.B., Wakeham, W.: *Intermolecular Forces*. Clarendon Press, Oxford, UK (1981)
18. Honig, R.E., Hock, H.O.: Vapor pressure data for some common gases. *R. C. A. Rev.* **21**, 360 (1960)
19. Pollack, G.L.: The solid state of rare gases. *Rev. Mod. Phys.* **36**, 748–791 (1964)
20. Landolt-Börnstein, 6. Aufl. (1960), II/2a, The Landolt-Börnstein database, Group IV (Physical Chemistry), Springer online (springermaterials.com) (1999)
21. Haefer, R.A.: *Cryopumping*. Clarendon Press, Oxford, UK (1989)
22. Anashin, V.V., et al.: Photon induced molecular desorption from condensed gases. *Vacuum* **48**, 785–788 (1997)
23. Syssoev, S.E., Eacobacci, M.E., Bartlett, A.J.: Controlled formation of condensed frost layers in cryogenic high vacuum pumps. *J. Vac. Sci. Technol. A* **28**, 925–930 (2010)
24. Hirth, J.P., Pound, G.M.: *Condensation and Evaporation*. Pergamon Press, Oxford, UK (1963)
25. Becker, K., et al.: Cryopumping of hydrogen by adsorption on condensed gases. *Proceedings of International Cryogenic Engineering Conference-4*, Eindhoven, S. 319–323 (1972)
26. Kachalin, G.V., Kryukov, A.P., Nesterov, S.B.: Adsorption of gaseous helium at low pressures. *Low Temp. Phys.* **24**, 97–99 (1998)
27. Yuferov, V.B.: Sorption properties of vacuum cryocondensates. *Low Temp. Phys.* **19**, 413–417 (1993)
28. Perinić, D., Haas, H., Mack, A.: Development of cryosorption panels for cryopumps. *Adv. Cryog. Eng.* **39**, 1553–1559 (1994)
29. Sedgley, D.W., Tobin, G., Batzer, T.H., Call, W.R.: Characterization of charcoals for helium cryopumping. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 2572–2576 (1987)
30. Anashin, V.V., et al.: Molecular cryosorption properties of porous copper, anodized aluminium and charcoal at temperatures between 10 and 20 K. *Vacuum* **76**, 23–29 (2004)
31. Day, Chr.: The use of active carbons as cryosorbent. *Colloids Surf. A* 187–188, 187–206 (2001)
32. Day, Chr., Hauer, V.: Pore characterisation of cryosorbent carbon materials at cryogenic temperatures. In: Kaneko, K., et al. (Hrsg.) *Fundamentals of Adsorption 7*, S. 1093–1100 International Adsorption Society, Nagasaki, Japan (2002)
33. Day, Chr., et al.: New operational aspects of the ITER-FEAT primary vacuum pumping system. *Fusion Eng. Des.* **58–59**, 301–306 (2001)
34. Day, Chr., Kammerer, B., Mack, A.: Pumping performance of cryopanels coated with activated carbon. *Adv. Cryog. Eng.* **43**, 1327–1334 (1998)
35. Boissin, J.C., Thibault, J.J., Richardt, H.: Method of an apparatus for cryopumping. *Le Vide* **157**, 103 (1972)
36. Siegel, R., Howell, J.R.: *Thermal Radiation Heat Transfer*, 2. Aufl. Hemisphere Publishing, New York (1981)
37. Howell, J.R.: *A Catalog of Radiation Configuration Factors*. McGraw-Hill, New York (1982)
38. Benvenuti, C., et al.: Characteristics, advantages and possible applications of condensation cryopumping. *Le Vide* **169**, 117 (1974)
39. Day, Chr., et al.: R&D and design for the cryogenic and mechanical vacuum pumping systems of ITER. *Vacuum* **81**, 738–747 (2007)
40. Obert, W., Perinić, G.: Pumping speed and thermal load analysis of the JET appendage cryopump by Monte Carlo calculation. *Vacuum* **43**, 163–166 (1992)
41. Saksaganskii, G.L.: *Molecular Flow in Complex Vacuum Systems*. Gordon and Breach, New York (1988)
42. Luo, X., Day, Chr.: Test Particle Monte Carlo study of the cryogenic pumping system of the Karlsruhe tritium neutrino experiment. *J. Vac. Sci. Technol. A* **26**, 1319–1325 (2008)
43. Day, Chr.: The use of a high-resolution quadrupole gas mass spectrometer system for selective detection of helium and deuterium. *Vacuum* **51**, 21–30 (1998)
44. Engers, B., Bauer, H.U.: Cost-effective PVD coatings in batch system. *Surf. Coat. Technol.* **116**, 705–710 (1999)



Kenngrößen und Anwendungen von Kryopumpen

23

Christian Day

Zusammenfassung

Wie jede andere Vakuumpumpe charakterisiert man auch die Kryopumpe durch eine Reihe von Kenngrößen. Diese werden in diesem Kapitel vorgestellt und erklärt. In Beispielen und Anwendungen wird verdeutlicht, dass die Kryopumpe eine äußerst vielfältig einsetzbare Vakuumpumpe ist.

1 Einleitung

Kryopumpen zeichnen sich durch ihre große Flexibilität im Design und ein sehr großes Saugvermögen bei einem sehr kleinen Enddruck aus. Daher werden sie bevorzugt nicht nur dazu verwendet, ein abgeschlossenes Volumen auf einen möglichst kleinen Enddruck abzupumpen, sondern insbesondere auch, um in einem Behälter mit konstantem Gaszufluss einen tiefen Druck aufrecht zu erhalten.

Jede Kryopumpe besteht aus den drei prinzipiellen Komponenten Kühlvorrichtung, thermisches Schild und Kryofläche. Die im ► Kap. 22, „*Kryotechnik und Kryopumpen*“ diskutierten Auslegungs- und Gestaltungsregeln der einzelnen Komponenten führen allerdings zu einer großen Vielzahl unterschiedlicher Designs. So kann die Kühlung entweder mit flüssigem Kryogen, mit zwangsläufig gefördertem gasförmigem Kryogen, oder kryogenfrei in einem Refrigerator erfolgen. Für die Funktion des thermischen Schildes existieren eine Vielzahl unterschiedlicher Designs, je nach gewünschter Zielfunktion im Engineering der Kryopumpe (Maximierung des Saugvermögens vs. Minimierung der Wärmelast). Die Anordnung der Kryofläche selbst richtet sich nach Forderungen der möglichst einfachen Herstell- und

C. Day (✉)

Karlsruher Institut für Technologie KIT, Karlsruhe, Deutschland

E-Mail: christian.day@kit.edu

Montierbarkeit bei kommerziellen Refrigeratorkryopumpen, oder nach dem zur Verfügung stehenden Platz bei Eigenbauten.

Um Kryopumpen vergleichen zu können, haben sich die Kryopumpenhersteller von Refrigerator-Kryopumpen auf allgemein akzeptierte Richtlinien zur Messung geeinigt [1], die die Basis für die in den Katalogen aufgeführten Zahlenwerte sind.

2 Startdruck

Eine Kryopumpe kann im Prinzip auch bei Atmosphärendruck gestartet werden, dies ist jedoch aus mehreren Gründen unzweckmäßig. Solange die mittlere freie Weglänge der Gasmoleküle kleiner ist als die Abmessungen des Rezipienten (typischerweise bei $p > 0,1 \text{ Pa}$), ist die Wärmeleitung durch das Gas so groß, dass sich eine unzulässig große Wärmezufuhr zur Kaltfläche ergibt. Selbst wenn die Temperatur gehalten werden könnte, würde sich darüber hinaus 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.

Der „Start“-Druck p_{St} muss so gewählt sein, dass die durch den Kondensationsstrom der Kaltfläche zugeführte Wärmeleistung – bis auf eine kurze Anfangsphase – nicht größer ist als die Wärmeleistung \dot{Q}_2 der zweiten Stufe der Pumpe. Bei kleinem Volumen V (z. B. bei Einkühlung der abgesperrten Pumpe) wird man p_{St} höher wählen dürfen, weil bei der geringen pV -Menge im Pumpengehäuse die Anfangsphase kurz ist.

Bei großem Volumen muss man ein sehr niedriges p_{St} verlangen; vor dem Start wird man daher den Behälter mit einer Vorpumpe auf das verlangte p_{St} evakuieren. Letztere kann nach Erreichen des Startdrucks abgeschaltet werden. Bei eingekühlter Refrigerator-Kryopumpe liegt der $p_{St}V$ -Wert aufgrund obiger Überlegungen wesentlich höher als bei einer abzukühlenden Pumpe. Dies ist von entscheidender Bedeutung für Hochvakuumanlagen im Chargenbetrieb, bei denen während des Belüftens des Vakuumbehälters die Kryopumpe über ein Ventil abgesperrt ist und weiter in Betrieb bleibt.

Die Erfahrung zeigt, dass alle genannten Faktoren durch die empirische Beziehung

$$\frac{p_{St} \cdot V}{\dot{Q}_2} \leq 3 \text{ kPa} \cdot \text{L} \cdot \text{W}^{-1} \quad (1)$$

für praktische Zwecke ausreichend bewertet werden. \dot{Q}_2 ist die Kälteleistung des Refrigerators an der zweiten Stufe bei $T = 20 \text{ K}$.

Beispiel 1

Wird eine Kryorefrigerator-Pumpe mit einer Kälteleistung $\dot{Q}_2 = 5 \text{ W}$ bei $T_k = 20 \text{ K}$ zum Evakuieren eines belüfteten Behälters mit einem Volumen $V = 50 \text{ L}$ verwendet, wobei die bereits kalte Kryopumpe mittels eines Ventils vom Behälter abgetrennt ist, so muss der Behälter gemäß obiger Beziehung auf

einen Druck von 0,3 kPa vorevakuiert werden, bevor das Ventil zur Kryopumpe geöffnet werden darf.

3 Enddruck

Als Enddruck wird der niedrigste Druck bezeichnet, der in einem vorgegebenen System mit einer vorgegebenen Pumpenanordnung erreicht werden kann. In einem abgeschlossenen isothermen System, bei dem das umhüllende Gefäß und der verdampfende Stoff die gleiche Temperatur T besitzen, stellt sich ein „Sättigungs-Dampfdruck“ $p_s(T)$ bzw. eine Sättigungsteilchenanzahl dichte $n_s = p_s(T)/k T$ ein (stationäres Gleichgewicht). Auch im Falle der Kryokondensation besteht ein stationäres Gleichgewicht, die Kondensationsstromdichte $j_{N, \text{kond}}$ an der Kaltfläche ist gleich der Verdampfungsstromdichte $j_{N, \text{verd}}$; für beide kann der Ansatz für die Flächenstoßrate nach der kinetischen Gastheorie gemacht werden (vgl. ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“)

$$j_N = n \frac{\bar{c}}{4} = n \cdot \sqrt{\frac{kT}{2\pi m_a}} \quad (2)$$

mit der Gasdichte n , der mittleren Geschwindigkeit \bar{c} und der Teilchenmasse m_a . Zur Berücksichtigung der Nichtidealität des Phasenübergangs wird die Kondensationswahrscheinlichkeit $\sigma_K \leq 1$ eingeführt. Während aber für das verdampfende Gas die Temperatur T_k der Kaltfläche und die Sättigungsteilchenanzahl dichte $n_s = p_s(T_k)/kT_k$ anzusetzen sind, sind für das kondensierende Gas (näherungsweise, weil das mit der Wand im thermischen Kontakt stehende Gas durch Vermischung mit dem verdampfenden Gas immer etwas abgekühlt wird) die (höhere) Temperatur der Wand T_w und die Teilchenanzahl dichte $n_g = p_g/kT_w$ anzusetzen, wobei p_g der Gas-(Dampf-)Druck im Gefäß ist. Im Endzustand, der dem Enddruck $p_{g, \text{end}}$ entspricht, müssen die Kondensationsstromdichte

$$j_{N, \text{kond}} = \sigma_K \cdot n_{g, \text{end}} \cdot \frac{\bar{c}}{4} = \frac{1}{4} \cdot \sigma_K \cdot \frac{p_{g, \text{end}}}{kT_w} \cdot \sqrt{\frac{8kT_w}{\pi m_a}} \quad (3)$$

und die Verdampfungsstromdichte

$$j_{N, \text{verd}} = \frac{1}{4} \cdot \sigma_K \cdot \frac{p_s}{kT_k} \cdot \sqrt{\frac{8kT_k}{\pi m_a}} \quad (4)$$

einander gleich sein. Daraus findet man den Enddruck

$$p_{g, \text{end}} = p_s \sqrt{\frac{T_w}{T_k}} \quad (5)$$

Dabei ist also p_s der Sättigungsdampfdruck des oder der zu pumpenden Gase bei der Kaltflächentemperatur der Kryopumpe T_k und T_w die Wandtemperatur des Rezipien-

ten. Weil letztere fast immer höher ist als die Kaltflächentemperatur T_k , ist der erreichbare Enddruck fast immer höher als der Sättigungsdampfdruck des Kondensats.

Beispiel 2

Für den Enddruck p_{end} einer Kryopumpe erhält man bei vorgegebener Rezipiententemperatur $T_w = 80 \text{ K}$ (Schildtemperatur) je nach der Kaltflächentemperatur T_k verschiedene Werte:

$$\begin{aligned} T_k &= 2,5 \text{ K} & p_{\text{end}} &= p_s(2,5 \text{ K}) \cdot \sqrt{\frac{80 \text{ K}}{2,5 \text{ K}}} \approx 11 p_s(2,5 \text{ K}) \\ T_k &= 20 \text{ K} & p_{\text{end}} &= 2 \cdot p_s(2,5 \text{ K}) \end{aligned}$$

Das ergibt im Fall von Stickstoff, für den der Sättigungsdampfdruck p_s bei 20 K den Wert $p_s = 1,3 \cdot 10^{-11} \text{ mbar}$ hat, einen Enddruck p_{end} von $2,6 \cdot 10^{-11} \text{ mbar}$.

Der Enddruck wird nach den Richtlinien 24 h nach dem Start des Einkühlvorgangs gemessen.

4 Saugvermögen

Das Saugvermögen einer Kryopumpe wird klassisch in einem Fischer-Mommsen-Dom gemessen. Dabei wird ein konstanter Gasfluss eingestellt, der höchstens 30 % des maximal zulässigen p V-Durchflusses betragen soll. Diese Einschränkung soll sicherstellen, dass sich die Strömung innerhalb der Kryopumpe im freien molekularen Bereich bewegt. Sobald man in den Übergangsbereich eintritt, steigt das Saugvermögen an, solange die Temperatur der Kaltflächen gehalten werden kann. Dieser Effekt wird oft ausgenutzt, um aus einer vorhandenen Kryopumpe mehr Saugvermögen zu erhalten.

Ist der Endzustand noch nicht erreicht, so ist $j_{N, \text{kond}}$ nach Gl. 3 größer als $j_{N, \text{verd}}$ nach Gl. 4, die Anordnung pumpt, und die Differenz der beiden Ausdrücke ergibt die Teilchen-Pump-Stromdichte beim Druck p im Rezipienten

$$j_{N, \text{pump}} = j_{N, \text{kond}} \cdot \left(1 - \frac{j_{N, \text{verd}}}{j_{N, \text{kond}}} \right) = j_{N, \text{kond}} \cdot \left(1 - \frac{p_s}{p} \sqrt{\frac{T_w}{T_k}} \right) \quad (6)$$

Das flächenbezogene Saugvermögen S_A ist gegeben durch das Saugvermögen einer Pumpfläche A dividiert durch A . Wegen

$$\begin{aligned} S_A &= \frac{S}{A} = \frac{q_v}{A} = \frac{q_N}{n \cdot A} = \frac{j_N}{n}, & \text{folgt} \\ S_A &= \frac{1}{4} \sigma_K \bar{c}_w \cdot \left(1 - \frac{p_s}{p} \sqrt{\frac{T_w}{T_k}} \right) \end{aligned} \quad (7)$$

Der Index w an der mittleren Geschwindigkeit \bar{c} der Gasmoleküle bedeutet, dass für die Gastemperatur die Wandtemperatur T_w des Rezipienten eingesetzt werden soll.

Tab. 1 Das maximale flächenbezogene Saugvermögen für einige Gase bei verschiedenen Temperaturen

T_w/K	$S_{A,\max}/L\ s^{-1}\text{cm}^{-2}$			
	O ₂	N ₂	Ne	H ₂
293	11,0	11,8	13,9	43,9
77	5,7	6,1	7,2	22,5

Für den Kondensationskoeffizienten σ_K , das Verhältnis der auf der Kaltfläche kondensierenden Anzahl von Gasmolekülen zur Anzahl der auftreffenden Moleküle, kann man bei den in Frage stehenden tiefen Temperaturen mit hinreichender Genauigkeit den Wert $\sigma_K = 1$ setzen. Für die Sorption gelten, mit Ausnahme von Helium (vgl. ► Kap. 22, „Kryotechnik und Kryopumpen“) ähnlich hohe Werte für σ_K .

Voraussetzung für die Gültigkeit von Gl. 7 ist, dass durch den Pumpvorgang das thermische Gleichgewicht im Gas, d. h. die Wahrscheinlichkeitsverteilung der Geschwindigkeiten, nicht oder nur geringfügig gestört wird. Diese Bedingung ist erfüllt, wenn die Abmessungen der pumpenden Kaltfläche klein im Vergleich zur Behälteroberfläche sind.

Nach Gl. 7 besitzt eine Kaltfläche der Fläche A_K das (theoretische) Saugvermögen

$$S = A_K \cdot S_A \quad (8)$$

Dies gilt gleichermaßen für Kondensation und Sorption.

Gl. 7 liefert für $S = 0$ den Enddruck nach Gl. 5. Bei $p \gg p_s \sqrt{T_w/T_K}$ ist S bzw. S_A praktisch gleich dem maximal möglichen, durch die Volumenstromdichte gegebenen Wert $S_{A,\max} = \bar{c}_w/4 = \sqrt{RT_S/2\pi M_{\text{molar}}}$. Für die verschiedenen Gase ergeben sich also unterschiedliche Werte für das flächenbezogene maximale Saugvermögen, von denen einige in Tab. 1 aufgeführt sind. Sie stellen auch deshalb obere Grenzwerte dar, weil in der Praxis die Bedingung des nahezu ungestörten thermischen Gleichgewichts häufig nicht gegeben ist, da zur Erzielung kurzer Pumpzeiten und eines guten Endvakuum groÙe Kaltflächen vorhanden sein müssen. Abweichungen ergeben sich auch, wenn die Kaltfläche mit einem gekühlten Strahlungsschutz umgeben ist.

5 Standzeit

Als Standzeit \bar{t}_B bezeichnet man die mittlere Betriebsdauer einer Kryopumpe bei konstantem Druck p_R im Rezipienten bis zur „Sättigung“.

Im Folgenden werden die Verhältnisse bei Kondensation betrachtet. Für den Fall der Sorption wird die Standzeit direkt durch die Kapazität begrenzt.

Wenn die Pumpwirkung auf Kondensation beruht, hängt sie im Wesentlichen vom Kondensationskoeffizienten σ_K ab und damit von Oberflächentemperatur und Struktur der Kondensatschicht. \bar{t}_B ist daher eine Funktion der Wärmeleitfähigkeit λ

(vgl. ► Kap. 22, „Kryotechnik und Kryopumpen“) und der Schichtdicke x bzw. der Wachstumsgeschwindigkeit W_K der Schicht. Einen Schätzwert für \bar{t}_B als Kenngröße erhält man, wenn man als Erfahrungswert für die „Grenz“-Schichtdicke $x_{gr} = 0,5$ cm setzt, zu

$$\bar{t}_B = x_{gr}/W_K \quad (9)$$

Durch die Kondensation wächst auf die Kaltfläche eine Schicht der Dicke x auf, die zeitliche Zunahme der Schichtdicke (Wachstumsgeschwindigkeit) dx/dt findet man aus der Zunahme der Massenbelegung $m/A = N m_a/A$ der Schicht zu

$$\frac{dx}{dt} = \frac{m_a}{\rho} \cdot j_{N, \text{kond}} \quad (10)$$

wobei m_a die Teilchenmasse, ρ die Dichte des Kondensats und $j_{N, \text{kond}}$ die Teilchenanzahl-Kondensationsstromdichte nach Gl. 3 ist.

Die Dichte der aufgewachsenen Schicht hängt von der Struktur der Schicht und diese wiederum von den Kondensationsbedingungen ab, mit tieferer Temperatur wird das Gefüge immer lockerer. In Tab. 2 sind Werte der Dichte fester Gaskondensate angegeben. Man wird sie für die Berechnung von W_K nur mit einer gewissen Unsicherheit heranziehen können. Für Stickstoff beim Druck $p = 10^{-4}$ Pa wird nach dieser Abschätzung in ungefähr 2000 h eine Kondensatschicht der Dicke 1 mm erzeugt.

Tab. 2 Dichte flüssiger und fester Gaskondensate; berechnete Werte

Gas	$\frac{T_{siede}}{K}$	$\frac{\rho_{fl}}{g \cdot cm^{-3}}$	bei $\frac{T}{K}$	$\frac{T_{schmelz}}{K}$	$\frac{\rho_{fest}}{g \cdot cm^{-3}}$	bei $\frac{T}{K}$
Ar	87,27	1,59	86	83,77	1,59	83,77
					1,65	40
					1,81	0 (ber)
Ne	27,17	1,204	27,17	24,54	(0,8) ^a	
H_2	20,39	0,071	20,39	13,95	0,087	13,95
		0,076	14,8		0,088	2,1
N_2	77,33	0,81	77,4	63,15	0,95	63,15
					1,03	20,6
					1,14	0 (ber)
O_2	90,18	1,14	90,18	54,36	1,43	20,6
		1,22	74,8		1,57	0 (ber)
CO_2	194,7	—	—		1,56	194,2
					1,63	84,2
4He	4,22	0,125	4,22		0,188	0 (ber)
		0,146	1,62			

^aabgeschätzt: $\rho(Ne) = \rho(Ar) \cdot M_r(Ne)/M_r(Ar)$

6 Kapazität (maximale Gasaufnahme)

Als Kapazität der Kryopumpe bezeichnet man die Gasmenge, die durch Kondensation oder Sorption aufgenommen werden kann, bis das Saugvermögen auf 50 % des Anfangswertes nach einer kompletten Regeneration absinkt.

Die Kapazität ist im Falle des Dauerbetriebes von Kryopumpen eine bestimmende Größe. Sollen große Gasmengen dauernd abgepumpt werden, so verwendet man zwei über Ventile oder Schieber an den Rezipienten angeschlossene Kryopumpen im Wechselbetrieb. Während die eine Pumpe in Betrieb ist, wird die andere regeneriert.

7 Cross-over-Wert

Der Cross-over-Wert ist eine Kenngröße einer bereits eingekühlten Refrigerator-Kryopumpe, die über ein Ventil an die Vakuumkammer angeschlossen ist. Er ist definiert als die pV -Gasmenge von Stickstoff oder Argon, die die Vakuumkammer maximal enthalten darf, damit beim Öffnen des Ventils über 3 s durch den dabei in der Kryopumpe kurzzeitig auftretenden Gasanfall die Temperatur der Pumpflächen nicht über $T \approx 20$ K ansteigt. Der Cross-over-Wert wird üblicherweise in Pa L oder mbar L angegeben.

8 Maximal zulässiger pV -Durchfluss

Der maximal zulässige pV -Durchfluss q_{pV} ist der in die Kryopumpe im Dauerbetrieb einströmende Gasstrom, der die Pumpflächen auf $T \approx 20$ K und nicht höher erwärmt. Er wird üblicherweise in mbar L s⁻¹ angegeben und ist von der Gasart abhängig.

9 Beständigkeit gegen thermische Strahlung

Diese Kenngröße gibt die maximale Temperatur an, bei der schwarze Strahlung über den Einlassflansch an die Kaltflächen gelangen kann, so dass sich die Pumpflächen auf nicht mehr als $T \approx 20$ K und das thermische Schild auf nicht mehr als $T \approx 130$ K erwärmen. Für diese Messung wird in einer Einfachdom-Anordnung (siehe) am Pumpeneintritt eine beheizte geschwärzte Platte angebracht (Emissionsgrad $\varepsilon > 0,9$). Diese Kenngröße charakterisiert die Fähigkeit der Pumpe, welche Temperaturen sie „sehen“ darf, was besonders wichtig ist für den Einsatz von Kryopumpen in warmen Rezipienten (Ausheizen).

10 Regeneration

Wie bei allen gasbindenden Vakuumpumpen erfordert die begrenzte Gasaufnahmekapazität nach einer gewissen Betriebszeit, deren Dauer von den jeweiligen Betriebsbedingungen abhängt, ein Regenerieren der (Refrigerator-)Kryopumpe [2]. Bei der Regeneration wird die Kryopumpe vom Vakuumsystem abgeschiebert und die Kaltflächen werden beheizt (meist über direkte elektrische Beheizung oder Spülen mit Warmgas), um die akkumulierten Gase freizusetzen, die dann vom angeschlossenen Vorpumpensystem abgepumpt werden können. Soll das Vakuumsystem kontinuierlich gepumpt werden, so benötigt man mindestens zwei Pumpen, die wechselweise betrieben werden.

Der Regenerierungszyklus besteht aus den folgenden Einzelschritten:

1. Abstellen der Kälteversorgung,
2. Erwärmen der Pumpe (Kaltflächen) auf Desorptionstemperatur,
3. Auspumpen des Pumpvolumens mit einer Vorpumpe,
4. Zuschalten der Kälteversorgung und Einkühlen auf Endtemperatur.

Zum Erwärmen der Kaltflächen gibt es verschiedene Verfahren. Oft werden elektrische Heizer verwendet, die mit möglichst gutem Wärmekontakt an den Kaltflächen angebracht sind. Bei Refrigerator-Kryopumpen sind die Heizelemente an der 1. und 2. Stufe des Kaltkopfes befestigt. Alternativ können die Kaltflächen auch über direkte Widerstandsbeheizung erwärmt werden oder durch Spülen mit einem inertem Warmgas. Das Wiedereinkühlen der Kaltflächen erfolgt in gleicher Weise wie die Inbetriebnahme der Kryopumpe.

Bei kommerziellen Refrigerator-Kryopumpen beträgt die zum Regenerieren benötigte Zeit etwa zwischen 30 und 300 min, je nach Größe der Pumpe und verwendetem Heizverfahren [3].

In vielen Anwendungsfällen wird schon vor Erreichen der Kapazitätsgrenze regeneriert. So wird man im Allgemeinen anstreben, dass der Enddruck nach der Regeneration zu keiner unzulässigen Druckerhöhung führt. Aus Sicherheitsüberlegungen kann auch die Art des gepumpten Gases Anlass für eine Regeneration sein, wenn z. B. ein über großes Inventar an toxischen oder korrosiven Gasen vermieden werden soll. Dies gilt insbesondere für Gase, die in Verbindung mit Luft explosive Gemische bilden können, wie z. B. Wasserstoff. In diesen Fällen wird man den Partialdruck nach der Regeneration so klein wählen, dass der Mindestzünddruck bzw., bei einem angenommenen Lufteinbruch, selbst die Explosionsgrenze nicht erreicht werden [4, 5]. Andernfalls muss das gesamte Vakuumsystem explosionsdruckstotfest ausgelegt werden, was normalerweise vermieden wird.

Die Regenerationstemperaturen hängen von der Art der gepumpten Gase ab. Die Gasfreisetzungskurven sind verschieden; kondensiertes Gas wird instantan freigesetzt, während sorbiertes Gas einer Freisetzungskinetik folgt, die von der Porenart des verwendeten Adsorptionsmittels und der Temperaturlösung abhängt und durchaus in der Größenordnung einiger min liegen kann. Darüber hinaus spielt es natürlich auch eine Rolle, ob die Desorption gegen den steigenden Druck in der

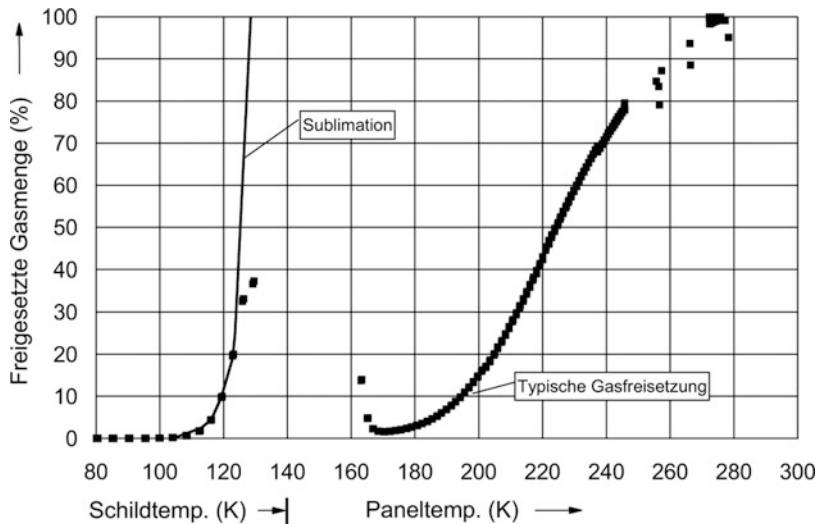


Abb. 1 Beispiel CO₂: Veranschaulichung der Re-Adsorption von am Schild sublimiertem Gas- kondensat an Aktivkohle des Kryopanels während der Kryopumpenregeneration

abgeschlossenen Kryopumpe stattfindet, oder ob die Vorpumpe bereits zugeschaltet ist. Das Design des Regenerationsschrittes kann also durchaus komplex sein. Bei kommerziellen Refrigerator-Kryopumpen ist die Regeneration ein vom Hersteller vorkonfektionierter, vollautomatischer Betriebsmodus, so dass sich der Anwender um Einzelheiten nicht kümmern muss.

Es ist auch zu berücksichtigen, dass die Sorptionskapazität bei Temperaturen oberhalb der Siedetemperatur noch so groß ist, dass eine Re-Adsorption stattfinden kann, d. h. das durch Sublimation eines Kondensates erzeugte Gas wird sofort wieder adsorbiert. Die Freisetzungskarakteristik folgt also auch für diese Gase der Desorption, nicht der Sublimation, siehe Abb. 1.

Abb. 2 zeigt typische Desorptions-Freisetzungskurven einiger Gasarten von Aktivkohle. Regeneration oberhalb der Umgebungstemperatur ist nur nötig für Wasser, höhere Kohlenwasserstoffe, Lösemitteldämpfe etc. [6]. Für praktische Anwendungen reichen 150 °C aus. Bei Refrigeratorpumpen kann die Sorptionsstufe nach einer gewissen Zeit auch komplett ausgewechselt werden.

Abb. 3 illustriert die Möglichkeit, bei geeigneter Wahl der Temperaturlösung während der Regeneration auch eine Auf trennung der gepumpten Gase zu bewirken [7].

11 Leistungsvergleich

Tab. 3 stellt typische Zahlenwerte einer kommerziellen Refrigerator-Kryopumpe (DN 320) gegenüber. Die Zahlenwerte geben den Bereich der gefundenen Katalogdaten wieder.

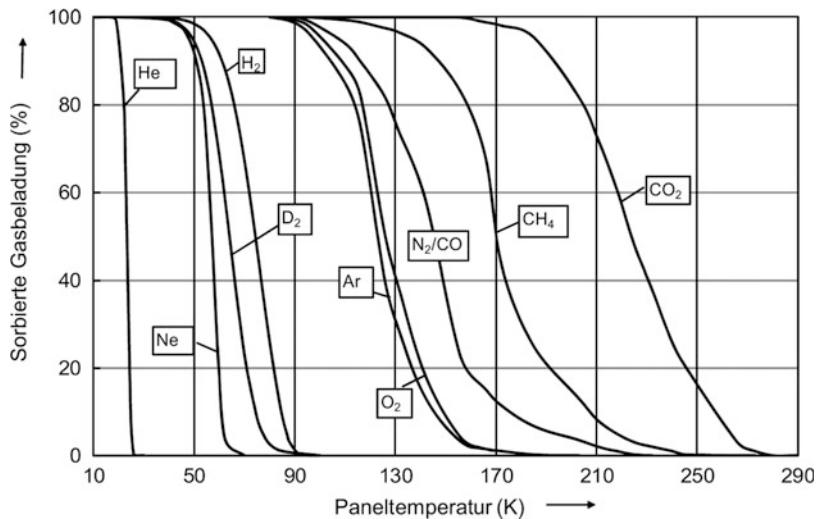


Abb. 2 Gasfreisetzung von Aktivkohle über Desorption

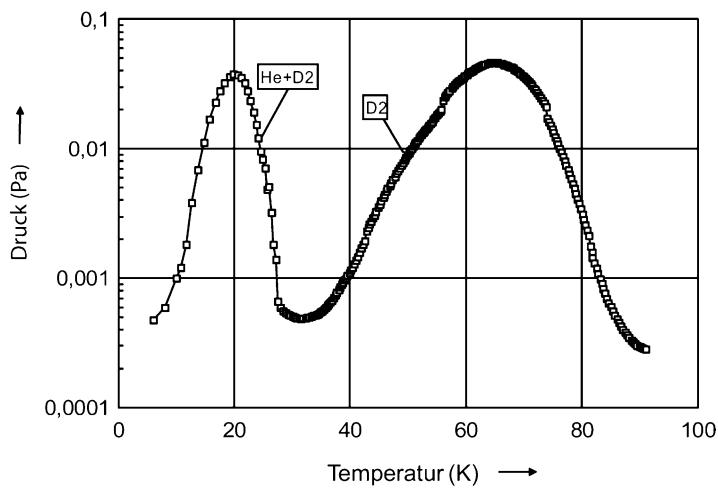


Abb. 3 Temperaturgesteuerte Separation von Helium (gepumpte Gasmischung mit 10 % He und 90 % Deuterium) bei der Regeneration. Die Aufwärmrate betrug etwa 0,05 K/s

12 Anwendungsbeispiele

Kryopumpen sind Hoch- und Ultrahochvakuumpumpen. Sie zeichnen sich vor allem dadurch aus, dass sie kohlenwasserstofffreies Vakuum erzeugen, ein hohes spezifisches Saugvermögen haben (bezogen auf die Abmessungen der Pumpe), ein hohes

Tab. 3 Vergleich der Kenngrößen einer DN 320 Refrigerator-Kryopumpe verschiedener Hersteller

Saugvermögen [L/s]	für Wasser	9000–10 500
	für Luft	3000–3200
	für Wasserstoff	4500–5200
	für Argon	2500–2700
	für Helium	1500–2300
Maximale Saugleistung [(Pa · m ³)/s]	für Argon	1,0–2,5
	für Wasserstoff	1,2
Kapazität [Pa · m ³]	für Argon	$1,5 \cdot 10^5$ – $3 \cdot 10^5$
	für Wasserstoff	1500–5000
	für Helium	10–100
Enddruck (N ₂ -äquivalent) [Pa]		10^{-9} – 10^{-10}
Einkühlzeit [h]		1,5–2,5
Crossover [Pa · m ³]		35–50
Gewicht [kg]		30–50

flächenbezogenes Saugvermögen für Wasserstoff besitzen, praktisch beliebig groß gebaut werden können und schließlich auch in situ eingebaut werden können, d. h. direkt in den Rezipienten. Kryopumpen werden daher auch in industriellen Anlagen eingesetzt, ganz besonders aber in den Vakuumanlagen der Großforschung – Kernfusionstechnik, Raumfahrttechnik, Teilchen-Beschleuniger und Strahlführungs-systeme. Hier werden die Kryopumpen speziell für den vorgesehenen Fall maßgeschneidert entwickelt und angepasst. Die Auswahl der Pumpe (Größe und Art), auch im Hinblick auf die alternative Verwendung anderer Hochvakumpumpen [8], richtet sich ganz nach den jeweiligen Betriebsanforderungen und Betriebsbedingungen.

12.1 Die Refrigerator-Kryopumpe

Die kommerzielle Refrigerator-Kryopumpe besteht aus dem Refrigerator selbst, dem angebrachten Kryopumpengehäuse mit den Kryoflächeneinheiten und dem thermischen Schild am Pumpeneinlass sowie der Verdichtereinheit mit den flexiblen Hochdruckleitungen für das Heliumgas, vgl. Abb. 4.

12.2 Kryopumpen mit Zwangskühlung durch superkritisches Helium

Ein großer Motor für die Entwicklung sehr großer Kryopumpen war die Fusions-technik. Die speziellen Anforderungen (Ausschluss aller organischen Materialien, längstmögliche Wartungsintervalle wegen Fernhantierungsnotwendigkeit, Kompatibilität mit hohen Magnetfeldern) sind nur von speziell dafür entwickelten Kryopumpen zu erfüllen. Das zu pumpende Gas setzt sich hauptsächlich aus Wasserstoff (und seinen Isotopen) und Helium zusammen.

Abb. 4 Lieferumfang einer kommerziellen Refrigerator-Kryopumpe



Beim Fusionsexperiment ITER werden die Kryopumpen mit kaltem Helium zwangsgekühlt [9]. Der Vorteil der Verwendung von gasförmigem kryogenem Helium gegenüber der flüssigen Phase besteht in geringeren Druckverlusten und geringerer Empfindlichkeit gegenüber schwankenden Wärmelasten. Für die Kryo panels wird superkritisches Helium bei 0,4 MPa und 4,5 K verwendet, für die thermischen Schilde kaltes Helium bei 1,8 MPa und 80 K. Eine weitere Besonderheit im Betrieb dieser Kryopumpen ist der besonders hohe Gasfluss, der dazu führt, dass im Pumpvolumen keine frei molekulare Strömung, sondern Übergangsströmung herrscht. Damit ist es möglich, höhere Saugvermögen zu realisieren, da die Teilchendichte im gepumpten Volumen entsprechend zunimmt (Abb. 5). Der Preis, der dafür zu zahlen ist, sind die damit verbundenen ebenfalls erhöhten Wärmelasten auf die Kryoflächen. Abb. 6 zeigt den Aufbau einer solchen Kryopumpe.

ITER hat insgesamt 8 solche Pumpen an der Plasmakammer (1300 m^3 Volumen). Aus Gründen der Explosionssicherheit ist das maximal gepumpte Wasserstoffinventor begrenzt, so dass die Pumpen etwa alle 10 min, das ist deutlich vor dem Erreichen der Kapazitätsgrenze, regeneriert werden müssen. Von den acht angeschlossenen Pumpen sind daher immer nur vier Pumpen im Pumpbetrieb, während die restlichen vier regeneriert werden. Zum Abschließen der Pumpen während der Regeneration sowie zur Steuerung des einströmenden Gasflusses wird das integrierte Ventil verwendet.

Die Aufheizung des Fusionsplasmas geschieht mit sehr leistungsstarken Teilchenstrahlen. Zum Betrieb dieser Strahlsysteme werden die weltweit größten Kryopumpen benötigt. Sie werden direkt innerhalb des Strahlvakumbehälters eingesetzt, sind also nicht über einen Flansch verbunden. Abb. 7 zeigt die dafür verwendeten Kryopumpen der Kernfusionsanlage JET in England. Ähnlich große Systeme werden derzeit auch für ITER entwickelt [10, 11]. Für diese Kryopumpe ergab die Reverse Engineering-Methode (vgl. ▶ Kap. 22, „Kryotechnik und Kryopumpen“)

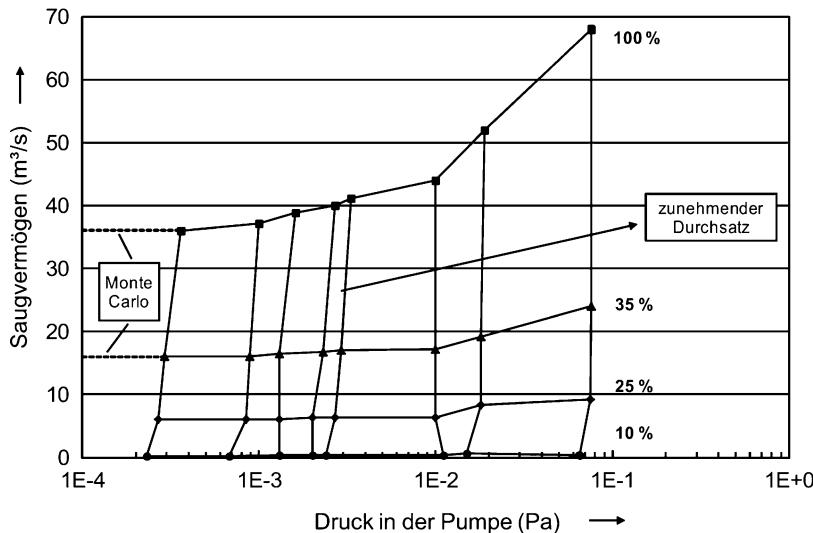


Abb. 5 Saugvermögenskurven der ITER-Kryopumpen (für Wasserstoff), die im Übergangsbereich betrieben werden. Die Prozentzahlen geben den Öffnungsgrad des eingebauten Ventils an

eine geforderte Einfangwahrscheinlichkeit von 0,32 für Wasserstoff. Zusätzlich wirken hohe Wärmelasten von heißen Komponenten (Oberflächentemperaturen bis zu 150 °C) auf die Pumpe, so dass eine einfache Louvre-Schildgeometrie nicht mehr ausreicht. Die besser schildende Chevron-Geometrie jedoch hat eine nicht ausreichende Durchtrittswahrscheinlichkeit (vgl. die Diskussion in ► Kap. 22, „Kryotechnik und Kryopumpen“). Aus diesem Grund musste eine komplett neue Anordnung von Schild und Pumpflächen entwickelt werden [12].

12.3 Kombinierte Refrigerator/Flüssig-Kryopumpen

Zum Evakuieren großer Weltraumsimulationskammern dienen vorzugsweise Refrigerator-Kryopumpen, da sie ein extrem sauberes Hochvakuum erzeugen und bereits als Einzelaggregat für hohes (Stickstoff-)Saugvermögen gebaut werden können. Die Pumpen für diese Anwendungen sind dreistufig [13]. Strahlungsschutz und Baffle werden in einem separaten Kreislauf mit flüssigem Stickstoff auf 77 K gekühlt, Abb. 8. Im Innern der Pumpe sind zwei zweistufige Gifford-McMahon-Kühler eingebaut, die an der ersten Stufe bei 50 K mit einem Kondensationspanel verbunden sind, und an der Tieftemperaturstufe bei 20 K mit einem Adsorptionspanel (Aktivkohle). Die Regeneration kann mit angebrachten elektrischen Heizern oder über Zwangsbelüftung mit warmem Gas erfolgen. Bei einem Öffnungsduurchmesser von 1,25 m beträgt das nominale Saugvermögen 50 m³/s für Stickstoff (Einfangwahrscheinlichkeit $P_c = 0,35$) und Wasserstoff (Einfangwahrscheinlichkeit $P_c = 0,09$).

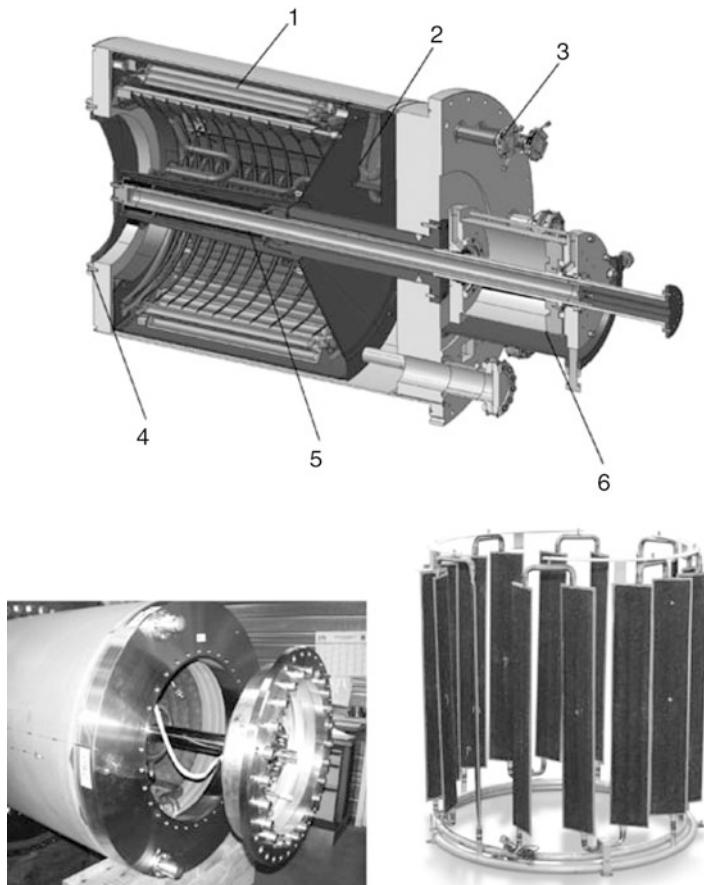


Abb. 6 Aufbau der Kryopumpen von ITER. 1 Kryopanels (4,5 K); 2 Thermisches Schild (80 K); 3 Anschluss zur Kryoversorgung (Johnston-Kupplung); 4 Einlassventil (DN800); 5 Ventilstange; 6 Pneumatischer Ventilantrieb. Die Photos zeigen das Ventil (*links*) und die Kryopanelanordnung (*rechts*) aus einem Prototypen reduzierter Größe

12.4 Kryopumpen mit zwangsgeführter Flüssigkühlung

Abb. 9 zeigt eine für den Einbau innerhalb der Vakuumkammer entwickelte Kryopumpe mit zwangsgeführter Flüssigkühlung [14]. Für beide Kryogenkreisläufe (LHe, LN₂) wurden Kreiselverdichter eingesetzt. Die Geometrie war vorgegeben, da Titansublimationspumpen ersetzt werden sollten. Mit dem Wechsel auf die Kryopumpen konnte die Kapazität um Faktor 1000 erhöht werden, das Saugvermögen um Faktor 10.

Der zentrale Teil der Pumpe ist ein System aus aktivkohlebeschichteten Panels, die mit flüssigem Helium durchströmt werden. Zur Gasseite hin sind die Panels mit Chevron-Baffles geschichtet, nach hinten mit einem geschlossenen Schild. Beide

Abb. 7 Die Kryopumpen des Neutralteilchenheizsystems der Kernfusionsanlage JET (Saugvermögen 6000 m³/s für Wasserstoff)

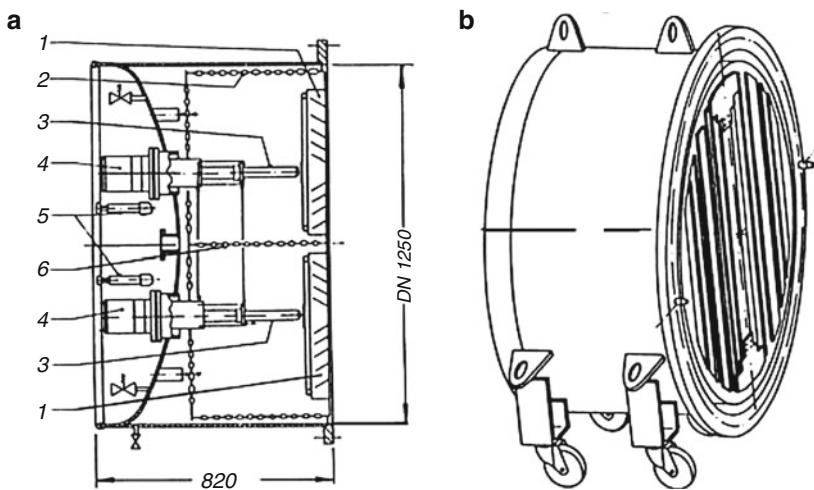
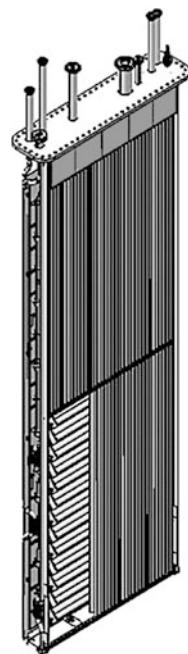


Abb. 8 Kryopumpe zum Evakuieren einer Raumsimulationskammer. $S(N_2) = 5,5 \cdot 10^4 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$. 1 Baffle; 2 und 6 Strahlungsschilde; 3 Kaltflächen; 4 Kaltköpfe; 5 LN₂-Anschlüsse

Schildsysteme werden mit Flüssigstickstoff versorgt. Das nominale Saugvermögen beträgt etwa 500 m³/s für Wasserstoff. Zur definierten Regeneration sind die Kryo-panels mit elektrischen Widerstandsheizern belegt.

Abb. 9 Kryopumpe mit zwangsgeführter Flüssigkühlung (Höhe 4,50 m, Breite 1,50 m, Tiefe 0,25 m). Saugvermögen für Wasserstoff $500 \text{ m}^3/\text{s}$



Insgesamt werden pro Pumpe 2×37 stehende Chevron-Profile verarbeitet. Alle 27 Kryopanel sind in Reihe geschaltet. Beim Einkühlen des Kryopanelkreislaufs ist dabei ein Druckverlust von bis zu 0,5 bar zu überwinden.

12.5 Kryopumpen in Großforschungsanwendungen

Kryopumpen mit Gaskondensaten als Adsorptionsmittel finden oft dann Anwendung, wenn die Regeneration bei tieferen Temperaturen stattfinden soll als es die Desorption vom festen Adsorptionsmittel erfordert. Insbesondere Argon (als vor-kondensierter Schnee zur Kryosorption oder als Hilfsgasspray zum Kryotrapping) wurde erfolgreich verwendet, um Helium und Wasserstoff zu pumpen. In der Fusionsanlage JET wurde gefunden, dass für die quantitative Kryosorption von Helium ein Teilchenüberschuss an Argon um den Faktor 20 erforderlich ist [15]. Im Neutrinoexperiment KATRIN wird ebenfalls Argonschnee zum Pumpen von Tritium (superschwerer Wasserstoff) verwendet, siehe Abb. 10. Der Argonschnee wird mit vorgekühltem Argon präpariert. Bei etwa $1\text{--}2 \mu\text{m}$ dicken Schichten und einer Haftwahrscheinlichkeit für Wasserstoff von 0,7 erwartet man Partialdrücke von unterhalb 10^{-11} Pa [16, 17]. Der Standardbetrieb sieht Pumpkampagnen von 60 Tagen Dauer bei 3 K vor, danach muss mit warmem Helium regeneriert werden.

Die röhrenförmige Vakuumkammer von Teilchenbeschleunigern (Länge der Kammer \gg Abmessungen ihres Querschnitts) wird durch eine Vielzahl kleiner Hochvakuum-pumpen (Turbomolekularpumpen, Ionizerstäuberpumpen) oder NEG-Pumpen

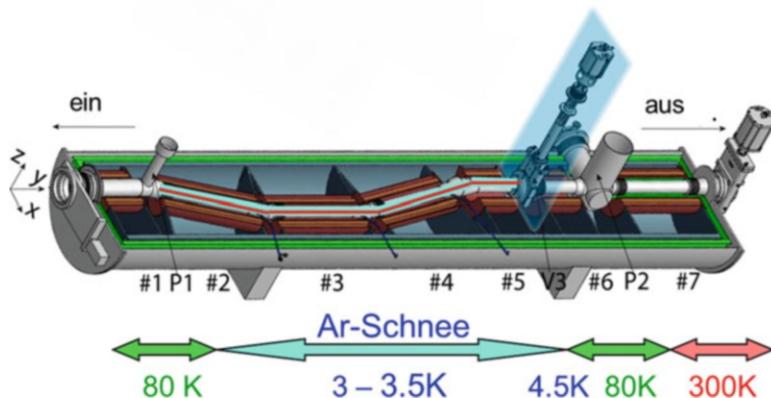


Abb. 10 KATRIN Pumpstrecke mit Argonschnee

evakuiert, so dass die Verwendung von Kryopumpen auf (wenige) Sonderfälle beschränkt ist. Ein Beispiel dafür ist die Verwendung einer Kryosorptionspumpe mit Aktivkohle zum Pumpen energetischer Teilchen (Ionen, Elektronen, Synchrotronstrahlung) im Large Hadron Collider am CERN [18] oder am FAIR-Beschleunigerkomplex in Darmstadt.

Sehr große Kryopumpen werden auch für Testkammern zur Entwicklung von Ionenstrahlantrieben verwendet. Hier benötigt man Saugvermögen in der Größenordnung $500 \text{ m}^3/\text{s}$ für Xenon.

12.6 Kryopumpen in industriellen Anlagen

(Refrigerator-)Kryopumpen kleiner und mittlerer Größe werden in steigendem Maße auch in Produktionsanlagen eingesetzt. Zu diesen zählen Vakuumbeschichtungsanlagen [19], sowohl solche, die nach dem Zerstäuberprinzip arbeiten, als auch nach dem Aufdampfprinzip arbeitende. Neuerdings werden Refrigerator-Kryopumpen mit Nennsaugvermögen $S_n(\text{N}_2) = 5-30 \cdot 10^3 \cdot \text{L/s}$, insbesondere wegen ihres hohen Saugvermögens für H_2O -Dampf, zum Erzeugen kohlenwasserstofffreien Vakuums zum Evakuieren von Hochvakuum-Öfen verwendet $S(\text{H}_2\text{O}) \approx 3 \cdot S_n(\text{N}_2)$. Allerdings muss durch geeignetes Anbringen der Kryopumpe dafür gesorgt werden, dass deren thermische Belastung durch den HV-Ofen hinreichend herabgesetzt wird.

12.7 Entwicklungstendenzen für die Kryopumpe

Kryopumpen sind unübertroffen anpassungsfähig an vorgegebene Bedingungen und weisen daher hinsichtlich der Konstruktion und der Betriebsweise eine weit größere Vielfalt auf als jeder andere Pumpentyp. So wurden zum Beispiel auch Kryokondensationspumpen mit Möglichkeiten zur kontinuierlichen Regeneration entwickelt

[20]. Hierfür wurden langsam drehende Rotoren eingebaut, die das aufgewachsene Kondensat mechanisch abschaben und sammeln oder lokal thermisch verdampfen und absaugen. Für Anwendungen mit besonders hohem Durchsatz, der zu einem viskosen Strömungsbereich innerhalb der Kryopumpe führt, wurde eine Kryopumpe mit einer thermischen Diffusionsstufe entwickelt [21].

Die obigen Ausführungen zeigen, dass die Kryopumpe ein sehr flexibles Instrument ist, das optimal an die konkreten Anforderungen angepasst werden kann. Man kann auf kommerzielle Lösungen zurückgreifen, die in Form von vielseitig verwendbaren Standardmodellen zur Verfügung stehen, oder individuell zugeschnittene Designs entwickeln. Dabei zeichnet sich die Kryopumpe durch eine gute Skalierbarkeit aus, was den Bau von sehr großen Einheiten zulässt. Der Bedarf an Hochvakuumumpfungen mit sehr hohem Saugvermögen steigt ständig, so dass die Bedeutung der Kryopumpe in Zukunft noch zunehmen wird. Mittelfristig darf allerdings die Begrenztheit der Ressource Helium nicht außer Acht gelassen werden [22].

Literatur

1. Welch, K.M., et al.: Recommended practices for measuring the performance and characteristics of closed-loop gaseous helium cryopumps. *J. Vac. Sci. Technol. A* **17**, 3081–3095 (1999)
2. Longworth, R.C., Bonney, G.E.: Cryopump regeneration studies. *J. Vac. Sci. Technol.* **21**, 1022–1027 (1982)
3. Mundinger, H.J., et al.: A new cryopump with a very fast regeneration system. *Vacuum* **43**, 545–549 (1992)
4. Edesky, F.J., Stewart, W.F.: Safety in the Handling of Cryogenic Fluids. Plenum Press, New York (1996)
5. Graham, W.G., Ruby, L.: Cryopump measurements relating to safety, pumping speed, and radiation outgassing. *J. Vac. Sci. Technol. A* **16**, 927–935 (1979)
6. Day, C., Haas, H.: Experimental assessment of the ITER cryosorption pump high temperature regeneration. *Fusion Eng. Des.* **84**, 665–668 (2009)
7. Day, C.: The use of active carbons as cryosorbent. *Colloids Surf. A* **187–188**, 187–206 (2001)
8. Bentley, P.D.: The modern cryopump. *Vacuum* **30**, 145–158 (1980)
9. Day, C., Murdoch, D., Pearce, R.: The vacuum systems of ITER. *Vacuum* **83**, 773–778 (2009)
10. Day, C., et al.: Design progress for the ITER torus and neutral beam cryopumps. *Fusion Eng. Des.* **86**, 2188–2191 (2011)
11. Luo, X., Day, C.: 3D Monte Carlo vacuum modelling of the neutral beam injection system of ITER. *Fusion Eng. Des.* **85**, 1446 (2010)
12. Dremel, M., et al.: Cryopump design for the ITER heating neutral beam injector. *Nuclear Fusion* **49**, S075035 (2009)
13. Nuss, H.E.: Vacuum system for a space simulation facility. *Vacuum* **38**, 617–620 (1988)
14. Dremel, M., et al.: Design of cryosorption pumps for testbeds of ITER relevant neutral beam injectors. *Fusion Eng. Des.* **74**, 205–209 (2005)
15. Obert, W., et al.: Performance of the supercritical helium cooling loop for the JET divertor cryopump. *Adv. Cryog. Eng.* **45**, 751–755 (1995)
16. Kazachenko, O., et al.: TRAP – a cryopump for pumping tritium on pre-condensed argon. *Nuclear Inst. Meth. Phys. Res. A* **587**, 136–144 (2008)
17. Luo, X., Day, C.: Test particle Monte Carlo study of the cryogenic pumping system of the Karlsruhe tritium neutrino experiment. *J. Vac. Sci. Technol. A* **26**, 1319–1325 (2008)

18. Anashin, V.V., et al.: Vacuum performance of a beam screen with charcoal for the LHC long straight sections. *Vacuum* **72**, 379–283 (2004)
19. Klein, H.-H.: Der Einsatz von Kryopumpen in Produktionsanlagen. *Vak. Techn.* **35**, 203–211 (1986)
20. Foster, C.A.: High throughput continuous cryopump. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 2558–2562 (1987)
21. Hemmerich, J.L., Küssel, E.: The cryogenic diffusion pump and its implementation in a complete fusion reactor forevacuum system. *J. Vac. Sci. Technol. A* **8**, 141–144 (1990)
22. Nuttal, W.J., Clarke, R.H., Glowacki, B.A.: *The Future of Helium as a Natural Resource*. Routledge, Oxford, UK (2012)



Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum

24

Karl Jousten

Zusammenfassung

In diesem Kapitel wird ein Überblick über die gebräuchlichen Vakuummessgeräte gegeben und die für das Grob- bis Hochvakuum geeigneten im Detail beschrieben. Die für das Hoch- und Ultrahochvakuum geeigneten Ionisationsvakuummeter haben ein eigenes Kapitel. Bei den Vakuummessgeräten für das Grob- und Feinvakuum kann noch die von einem Druck ausgeübte Kraft genutzt werden, bei kleineren Drücken werden andere Eigenschaften eines Gases im Vakuum genutzt, z. B. die Wärmeleitung durch das Gas. Auch Gasflussmessgeräte nutzen diesen Effekt.

1 Einleitung

Die Messung des Drucks p erfolgt in der Vakuumtechnik entweder direkt gemäß der Definitionsgleichung (Gl. 1 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“)

- durch Messung der Kraft $F = p A$ auf eine bestimmte Fläche A
oder indirekt
- durch Messung einer dem Druck proportionalen physikalischen Größe, z. B. die Teilchenanzahlichte n , die Auftreffrate der Gasteilchen $n\bar{c}$ oder der Wärmeleitfähigkeit usw.

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland
E-Mail: karl.jousten@ptb.de

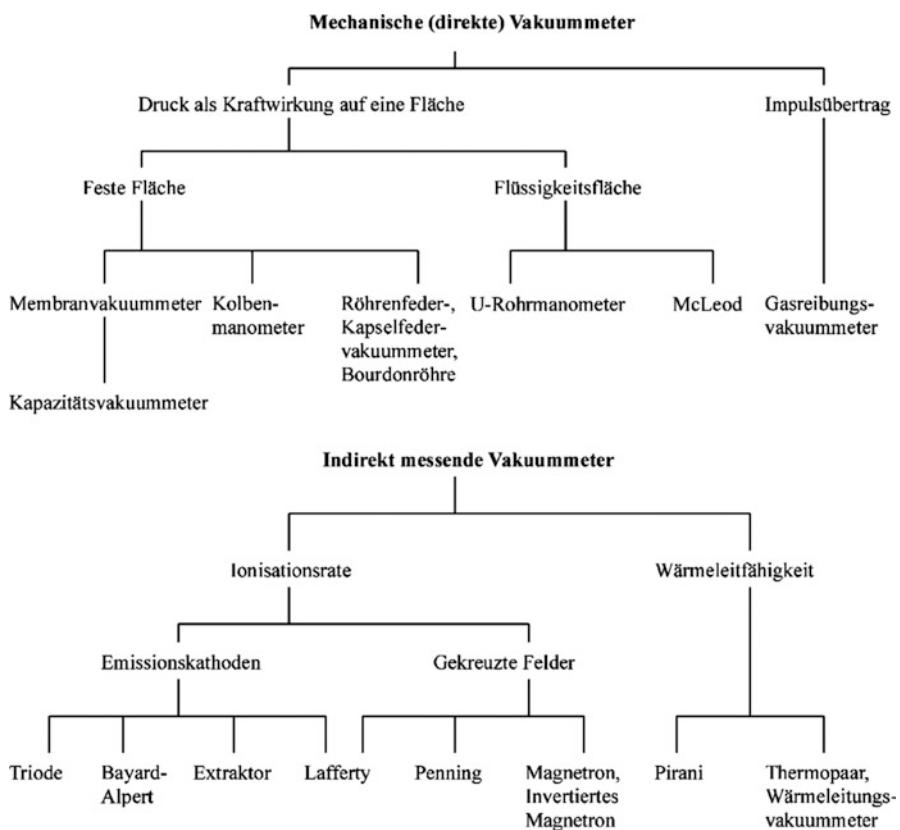


Abb. 1 Einteilung der häufig verwendeten Vakuummessgeräte nach ihrem physikalischen Prinzip. Unter „gekreuzten Feldern“ sind gekreuzte elektrische und magnetische Felder zu verstehen

Die direkte Messung des Drucks über eine Kraftwirkung ist auf Drücke größer etwa 1 mPa beschränkt. Bei diesem Druck beträgt die Kraft auf 1 cm² Fläche bereits nur noch 10⁻⁷ N. Solch eine geringe Kraft benötigt zur Messung ein elektrisch verstärktes Signal.

Der zu messende Druckbereich im Vakuum erstreckt sich über 14 Zehnerpotenzen. Dieser Bereich ist nicht mit einem einzelnen Gerätetyp überdeckbar. Abb. 1 teilt die gebräuchlichen Vakuummessgeräte nach ihrem physikalischen Messprinzip ein. Abb. 2 gibt einen Überblick über die in den jeweiligen Druckbereichen verbreiteten Messgeräte.

Um die Messrichtigkeit eines Vakuummessgeräts zu gewährleisten, muss es in der Regel kalibriert werden (► Kap. 28, „Primärnormale für das Vakuum“). Auf eine Kalibrierung kann dann verzichtet werden, wenn sich das Messsignal auf eine physikalische Gleichung zurückführen lässt, bei der alle Eingangsgrößen auf die jeweiligen SI-Einheiten zurückgeführt sind. Zusätzlich müssen alle physikalischen Vorgänge und die Bestimmungsparameter, die zum Messsi-

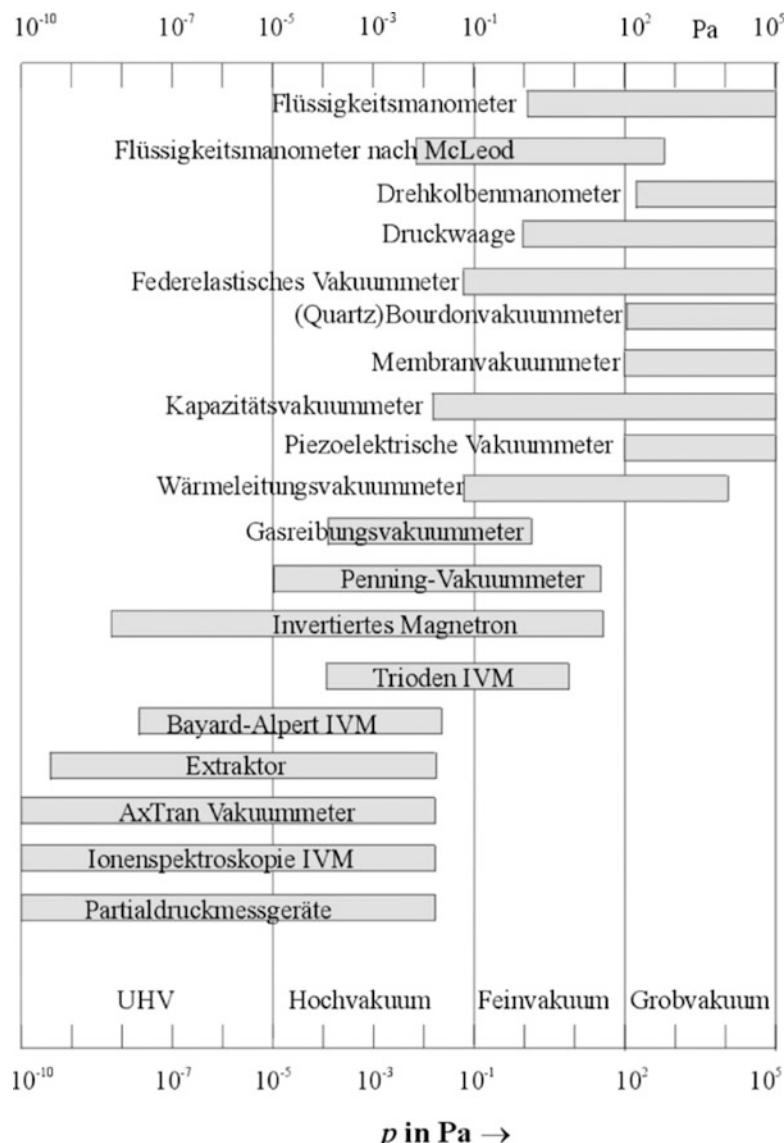


Abb. 2 Übersicht über die Messbereiche handelsüblicher Vakuummesser. Angegeben sind die Bereiche, die mit dem jeweiligen Messprinzip mit akzeptabler Genauigkeit darstellbar sind. IVM: Ionisationsvakuummeter

gnal führen, hinreichend genau bekannt sein, – wenn es als ein Primärnormal (► Kap. 28, „Primärnormale für das Vakuum“) dienen soll, sogar sehr genau. Als Messgeräte, die als Primärnormale für Drücke im Vakuum geeignet sind, gelten die U-Rohr-Flüssigkeitsmanometer, früher auch die McLeod-Vakuummeter, und die Kolbenmanometer. Diese Geräte sind aber nur sehr

aufwändig zu bedienen und für alltägliche Messaufgaben, besonders in industriellen Vakuumprozessen, nicht geeignet. Wegen ihrer hauptsächlichen Verwendung als Primärnormale werden sie daher im ► Kap. 28, „Primärnormale für das Vakuum“ erklärt.

Auch beim Gasreibungsvakuummeter sind die physikalischen Vorgänge genau bekannt und das Messsignal kann direkt auf die Teilchendichte bzw. Auftreffrate der Gasteilchen zurückgeführt werden. Jedoch ist ein Parameter, der Akkommodationsfaktor, nicht *a priori* angebar, so dass eine Kalibrierung notwendig ist. Das Gasreibungsvakuummeter wird daher in diesem Kapitel behandelt.

2 Mechanische Vakuummeter

2.1 Prinzip und Einteilung

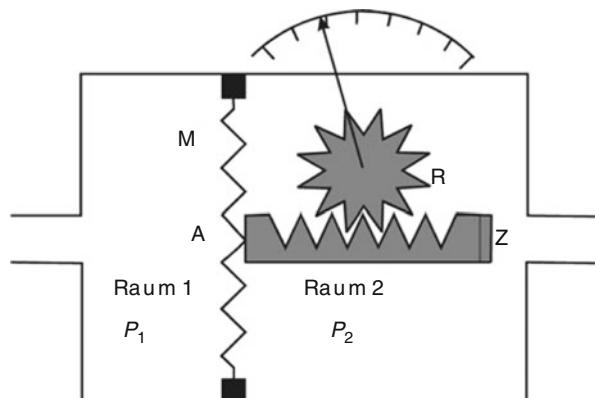
Abb. 3 zeigt ein mögliches Prinzipschema der direkten Druckmessung auf mechanische Art. Die Membran M mit der Fläche A trennt zwei Räume 1 und 2, in denen die Gasdrücke p_1 und p_2 herrschen. Dann wirkt nach Gl. 1 auf die Membran die nach rechts gerichtete Kraft

$$F = (p_1 - p_2)A \quad (1)$$

die zu einer Durchbiegung der Membran führt. Wandelt man den Verschiebungsweg x in eine Winkeldrehung ϕ um, so erhält man die Druckdifferenz $(p_1 - p_2)$ direkt anzeigenches Messgerät. Im Falle des Schemas der Abb. 3 geschieht dies durch die Zahnstange Z und das Ritzel R. Wird der Raum 2 auf einen Referenzdruck $p_2 \ll p_1$ evakuiert, so zeigt das Vakuummeter den Absolutdruck p_1 im Raum 1 direkt an.

Mechanische Vakuummeter auf dieser oder ähnlicher Basis sowie alle Flüssigkeitsmanometer (► Abschn. 3 in Kap. 28, „Primärnormale für das Vakuum“) messen grundsätzlich die Differenz zwischen zwei Drücken, wobei der Referenzdruck vernachlässigbar klein gegenüber dem zu messenden Druck sein kann. Die Anzeige

Abb. 3 Schematische Darstellung der mechanischen Druckmessung über die Durchbiegung einer Membran



eines direkt messenden mechanischen Vakuummeters ist gasartunabhängig, solange die Temperatur des Messgeräts und des zu messenden Behälters gleich sind. Sind sie nicht gleich, wird die Anzeige von der Gasart abhängig, wenn der Messdruck p im sogenannten Übergangsbereich zwischen viskosem und molekularem Bereich liegt ($0,1 \text{ Pa} < p < 50 \text{ Pa}$).

Die gebräuchlichsten Typen von mechanischen, differenziell messenden Vakuummetern lassen sich auf Grund der Art des Referenzdrucks und des Orts des Messwertaufnehmers in drei verschiedene Gruppen unterteilen.

- a. Der Referenzdruck ist der jeweilige Atmosphärendruck. Der Messwertaufnehmer befindet sich auf der Referenzdruckseite.
- b. Der Referenzdruck ist Null (d. h. kleiner als die Auflösegenauigkeit des Instruments). Der Messwertaufnehmer befindet sich auf der Messseite, d. h. dem Teil, der mit dem Raum verbunden ist, in dem der Druck gemessen werden soll.
- c. Der Referenzdruck ist Null. Der Messwertaufnehmer befindet sich auf der Referenzseite.

2.2 Plattenfedervakuummeter

Plattenfedern sind kreisförmige, gewellte Membranen. Sie werden zwischen zwei Flansche entweder am Rand eingespannt oder verschweißt und einseitig mit dem Druck des Messgases beaufschlagt. Die durch die Druckdifferenz hervorgerufene Durchbiegung der Membrane wird als Maß für den Druck genutzt und über ein Zeigerwerk zur Anzeige gebracht (siehe das Prinzipschema in Abb. 3). Plattenfeder-vakuummeter sind vom Typ a. und b. der mechanischen Vakuummeter nach Abschn. 2.1.

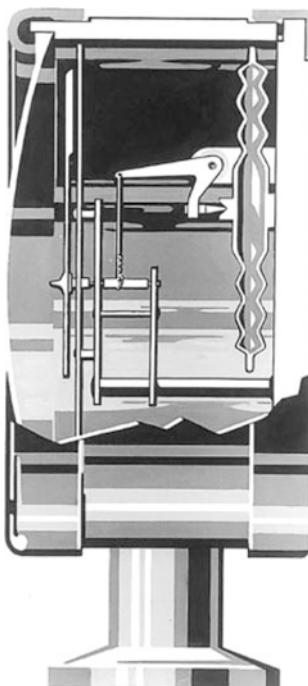
Plattenfedern haben (im Vergleich zu Rohrfedern, siehe Abschn. 2.4) eine relativ große Stellkraft und sind durch die ringförmige Einspannung verhältnismäßig unempfindlich gegen Erschütterungen. Die Plattenfeder kann vor Überlastung geschützt werden, in dem sie sich an eine Sicherheitsplatte oder den niederdruckseitigen Flansch anlegt. Durch Beschichten kann das Messgerät auch vor korrosiven Gasen geschützt werden.

2.3 Kapselfedervakuummeter

Die Kapselfeder besteht aus zwei kreisförmigen, gewellten Membranen oder einer kreisförmigen festen Wand und einer kreisförmigen, gewellten Membran, die zu einer Dose zusammengefügt werden (Abb. 4). Die Dose wird evakuiert und vaku-umdicht verschlossen. Kapselfedervakuummeter gehören zum Typ b. der mechanischen Vakuummeter (Abschn. 2.1).

Die Anzeige des Kapselfedervakuummeters ist somit vom äußeren Luftdruck unabhängig. Der gegenseitige Abstand der beiden Wände wird entsprechend ihrer eigenen Federkraft bzw. durch eine eingebaute Druckfeder mit abnehmendem äu-

Abb. 4 Kapselfedervakuummeter



ßerem Druck größer. Diese Verschiebung ist die Messgröße, die von einem geeigneten Messwertaufnehmer in eine Anzeige umgewandelt wird. Bei dem in Abb. 4 dargestellten Gerät erfolgt die Messwertübertragung über ein Hebelsystem. Der Messwertaufnehmer und die Anzeige befinden sich in dem Raum, in dem der Druck gemessen werden soll. Werden mehrere Kapselfedern mechanisch in Reihe geschaltet, wird eine Erhöhung der Stellkraft erreicht. Der Vorteil dieses Messtyps liegt vor allem darin, dass der Verschiebungsweg dem Druck weitgehend proportional ist, ihr Nachteil liegt darin, dass sie unbrauchbar werden, wenn Gase im Messwerk kondensieren oder dieses korrodiert. Vollausschläge von 2 kPa (20 mbar), 10 kPa (100 mbar) und 100 kPa (1000 mbar) sind im Vakumbereich gebräuchlich.

Es ist grundsätzlich möglich, die Messgenauigkeit eines solchen Geräts in einem bestimmten Druckbereich dadurch zu verbessern, dass das Dosesystem mit einem Gas vorgegebenen Drucks gefüllt wird. So ist es beispielsweise möglich, im Druckbereich von 10 kPa bis 11 kPa mit einer Unsicherheit von 1 % abzulesen. Der Nachteil dieser Handhabung liegt aber darin, dass der Druck des Gases in der Membrandose temperaturabhängig ist. Aus der idealen Gasgleichung (Gl. 19 in ► Kap. 3, „*Gasgesetze und kinetische Gastheorie*“) folgt, dass eine Temperaturänderung $\Delta T = 3 \text{ K}$ eine relative Änderung in der Druckanzeige von etwa 1 % zur Folge hat.

Der Aufbau des Kapselfedervakuummeters findet sich etwas abgewandelt im Membrandruckschalter wieder (siehe Abschn. 2.6).

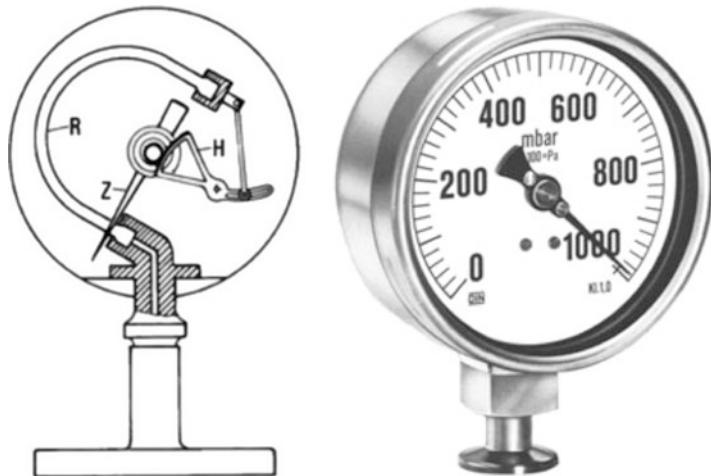


Abb. 5 Röhrenfedervakuummeter nach Bourdon. Schnitt und Ansicht

2.4 Röhrenfedervakuummeter

Ein typischer Vertreter der Gruppe a. der mechanischen Vakuummeter nach Abschn. 2.1 ist das in Abb. 5 dargestellte Röhrenfedervakuummeter oder Bourdonvakuummeter. Ihr typischer Messbereich liegt zwischen 1 kPa und 100 kPa.

Das Innere eines zu einem Kreisbogen von 270° gekrümmten Rohres R (in der Regel mit ovalem Querschnitt) wird an den Raum angeschlossen, in dem der Druck gemessen werden soll. Nimmt der Druck im Innern des Rohres R ab, wird der Krümmungsradius des Bogens verändert, weil die Kraft auf die Außenfläche wegen dessen größeren Fläche größer ist als auf die Innenfläche des Bogens. Der Bogenradius wird unter der Wirkung des umgebenden Luftdrucks kleiner [1, 2]. Die damit verbundene Wegänderung wird über ein Hebelsystem H auf einen Zeiger übertragen, der den Messwert unmittelbar auf einer am Manometer angebrachten Skala anzeigt. Ist der Außenraum des Rohres auf Umgebungsdruck, ist die Anzeige der Geräte dieses Typs abhängig vom äußeren Luftdruck (Wetterlage, Höhe des Aufstellungsorts). Dieser Fehler kann dadurch korrigiert werden, dass die Skala um die Zeigerachse verdreht werden kann. Röhrenfedervakuummeter sind robust und weitgehend korrosionsbeständig.

2.4.1 Quarz-Bourdon-Vakuummeter

Eine messtechnisch besonders raffinierte Ausgestaltung des Röhrenfedervakuummeters ist die des Quarz-Bourdon-Vakuummeters (Abb. 6 und 7). Sie können vom Typ a. oder c. der mechanischen Vakuummeter (Abschn. 2.1) sein.

Ein schraubenförmig (helikal) gekrümmtes Quarzröhrrchen wird, ähnlich wie das Röhrenfedervakuummeter, unter einer Druckdifferenz zwischen dem Außenraum und dem Innenraum verbogen und über eine elektromagnetische Spule wieder in die Ausgangsposition gezwungen. Der dazu nötige Spulenstrom ist ein Maß für die

Abb. 6 Schema eines Quarz-Bourdon Vakuummeters der Firma Ruska, Houston, Texas (GE Sensing). Die verbiegende Kraft auf die Quarzwendel unter einer Druckdifferenz wird durch die Reflexion eines Lichtstrahls gemessen. Stromspulen halten die Quarzwendel in der Nullstellung. Der Spulenstrom ist proportional dem Druck.

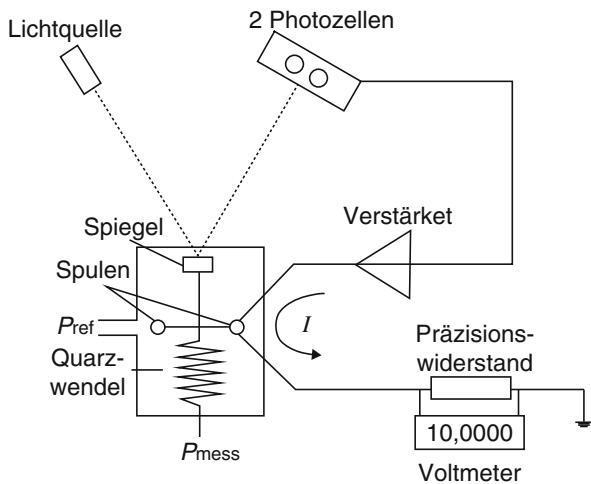
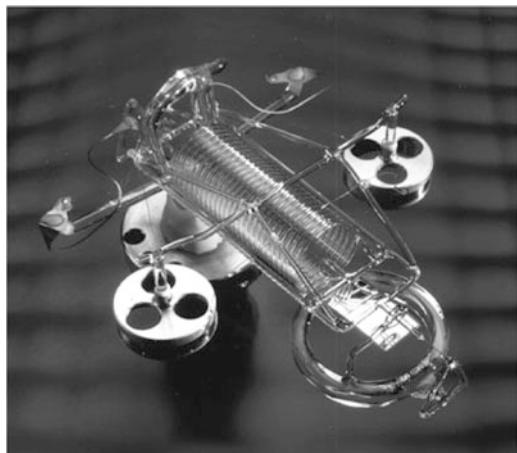


Abb. 7 Photo der Quarzwendel mit den sie im Gleichgewicht haltenden Spulen. Mit freundlicher Genehmigung der Ruska Corporation, Houston, Texas (GE Sensing)



Druckdifferenz. Die Ausgangsposition wird optisch durch einen Lichtstrahl bestimmt, der von einem am Ende der Wendel angebrachten Spiegel reflektiert wird und dessen Winkelstellung durch den Differenzabgleich zweier Photodioden definiert wird. Dadurch, dass die Wendel immer genau in ihre Ausgangsposition gebracht wird, ist die Anzeige gut linearisierbar und das Gerät besitzt eine sehr gute Langzeitstabilität. Typischerweise werden relative Änderungen von $<2 \cdot 10^{-4}$ der Anzeige über ein Jahr und in einem weiten Anzeigebereich (etwa 3 % bis 100 % des Vollausschlags) beobachtet.

Die Auflösung dieses Geräts beträgt 10^{-5} vom Vollausschlag, die Wiederholbarkeit etwa $2 \cdot 10^{-5}$ und ist mit Vollausschlägen von 7 kPa bis einige 100 kPa erhältlich.

2.5 Membranvakuummeter

Elastische Membrane, die sich unter Einwirkung einer Druckdifferenz zwischen ihren zwei Seiten reversibel durchbiegen, werden seit 1929 [3] zur Druckmessung im Vakuum benutzt. Die Art und Weise, wie die Durchbiegung der Membran gemessen wird, ist vielfältig und wird in den folgenden Unterabschnitten behandelt.

2.5.1 Membranvakuummeter mit mechanischer Anzeige

Wenn man Raum 2 des in Abb. 3 dargestellten Systems auf den Druck $p = 0$ evakuiert und vakuumdicht verschließt, erhält man ein Membranvakuummeter, dessen Anzeige unabhängig von der Temperatur (abgesehen von temperaturabhängigen mechanischen Eigenschaften) und dem Luftdruck ist. Der Messwertaufnehmer und die Anzeige befinden sich nicht in Verbindung mit dem zu messenden Gas. Es gehört somit zum Typ c. der mechanischen Vakuummeter (Abschn. 2.1). Ein Gerät dieser Art ist daher weitgehend korrosionsbeständig, weil keine empfindlichen Teile mit dem zu messenden Gas in Berührung kommen. Lediglich die Wellmembran, die aus einer Kupfer-Beryllium-Legierung hergestellt ist, muss im Falle erhöhter Anforderungen einseitig, beispielsweise durch eine Goldschicht, gegen Korrosion geschützt werden.

Wie bereits in Abschn. 2.3 erwähnt, ist die Durchbiegung einer Wellmembran der Druckdifferenz weitgehend proportional. Damit ist die Skala eines solchen Vakuummeters bei einer proportionalen Umsetzung von Weg in Anzeige linear. Da es jedoch in vielen Fällen erstrebenswert ist, die Anzeige bei niedrigen Drücken zu spreizen, wird ein zusätzlicher Kunstgriff angewendet: Bei Druckgleichheit auf beiden Seiten der gewellten Membran, d. h. bei niedrigen Drücken, steht die ganze Membranfläche zur Druckaufnahme zur Verfügung. Mit zunehmendem Druck legt sich im Bereich 1 kPa–1,5 kPa die erste Welle der Membran an die Grundplatte, die eine entsprechende Kontur aufweist, an (Abb. 8). Die Membranfläche wird dadurch kleiner, die Membransteifigkeit größer und damit wird die Empfindlichkeit kleiner. Die Membranfläche wird dann im Bereich 5 kPa–6 kPa durch Anlegen der nächsten Welle an die Grundplatte nochmals verkleinert. Dieser Vorgang wiederholt sich ein drittes Mal im Bereich 15 Pa–20 Pa. Durch diesen Kunstgriff erreicht man eine über einen weiten Druckbereich gespreizte Skala (Abb. 9).

2.5.2 Membranvakuummeter mit elektrischem Umformer

Membranvakuummeter in der beschriebenen Art eignen sich auch für den Einsatz von elektrischen Messwertaufnehmern. Abb. 10 zeigt drei Möglichkeiten der elektrischen Signalerzeugung. Aufnehmer mit Dehnungsmessstreifen (Abb. 10c) sind mittlerweile veraltet, werden jedoch der Messidee wegen trotzdem gezeigt.

Eine weitere Lösung ist der *kapazitive* Wegaufnehmer, auf den wegen seiner großen Bedeutung gesondert im Abschn. 2.5.5 eingegangen wird. In jedem Fall erhält man ein elektrisches Signal, das elektronisch linearisiert und fernübertragen werden kann.

Bei dem in Abb. 10a dargestellten *induktiven* Wegaufnehmer ragt ein ferromagnetischer Stift mehr oder weniger weit in eine Differentialtransformatorspule hinein, es entsteht ein der Durchbiegung der Membran proportionales Signal. Solche

Abb. 8 Schnitt durch ein Membranvakuummeter mit mechanischer Anzeige (schematisch).
 1 Anschlussflansch und Gaszutritt; 2 Membran; 3 Grundplatte; 4 Übertragungssystem der Membraneformation; 5 Skalenscheibe; 6 Zeiger; 7 vakuumsdicht abschließende Glaskappe; 8 Frontplatte als Teil des Gehäuses; 9, 10 Evakuierungsstutzen

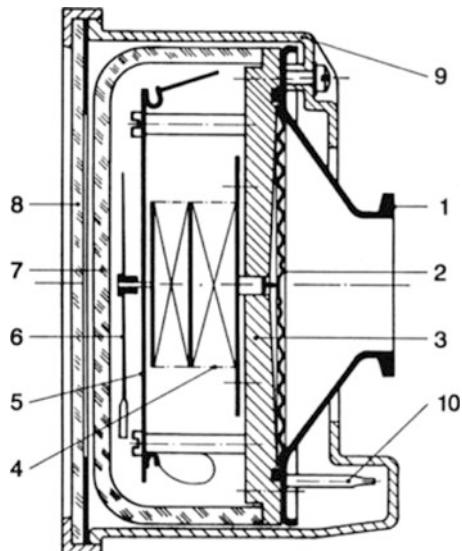
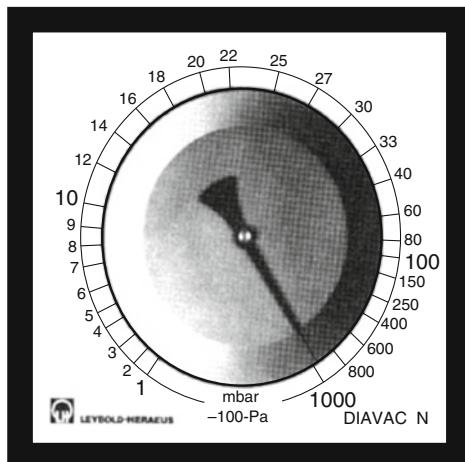


Abb. 9 Frontplatte eines serienmäßigen Membran-Vakuummeters mit gespreizter Skala



Aufnehmer sind für einen Vollausschlag bis herunter zu 25 Pa erhältlich, wobei die Messgenauigkeit jedoch durch Temperaturschwankungen auf etwa 1 Pa begrenzt ist. Induktive Aufnehmer zeigen eine geringe Hysterese, gute Wiederholbarkeit und sind relativ unempfindlich gegen mechanische Einflüsse (Vibrationen). Sie sind sowohl mit Strom- (4 mA–20 mA) als auch Spannungsausgängen (bis 10 V) erhältlich.

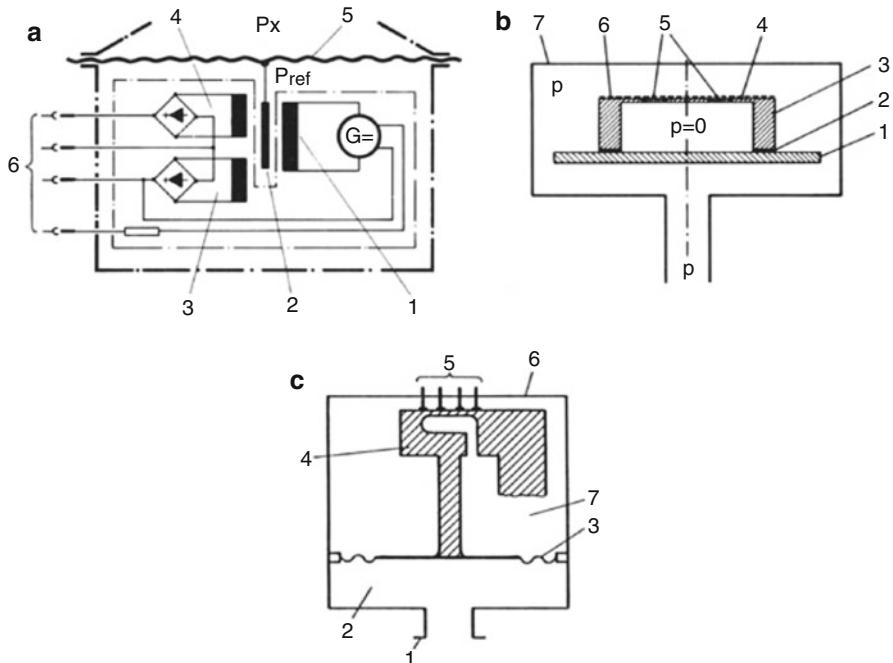


Abb. 10 (a) Membranvakuummeter zur Fernanzeige mit induktivem Wegaufnehmer. p_{ref} Bezugsdruk, p_x Messdruck. 1, 3, 4 Differentialtransformator; 2 ferromagnetischer Tauchstift; 5 Membran; 6 elektrische Anschlüsse; (b) Membranvakuummeter zur Fernanzeige mit piezoresistivem Aufnehmer: 1 Silizium-Grundplatte; 2 Cu-Si vakuumsdichte Verschmelzung; 3 Kappe aus n-Silizium; 4 Membran; 5 in die Membran eindiffundierte Widerstandsbrücke; aus p-Silizium mit Anschlussdrähten; 6 flexible Schutzschicht; 7 Gehäuse; (c) Membranvakuummeter mit Dehnungsmessstreifen: 1 Anschlussflansch; 2 Messvolumen; 3 Membran; 4 Biegebalken; 5 Dehnungsmessstreifen; 6 Gehäuse; 7 Volumen mit Vergleichsdruck $p = 0$

In der Konstruktion von Abb. 10c wird die Membranauslenkung auf einen Biegebalken (4) übertragen, auf dem Dehnungsmessstreifen angebracht sind, die in Brückenschaltung das elektronische Ausgangssignal liefern. Die Anordnung erlaubt präzise Druckmessungen im Bereich bis 200 kPa.

2.5.3 Membranvakuummeter nach dem piezo-resistiven Prinzip

Der piezo-resistive Effekt (Abb. 10b), bei dem eine Druckänderung eine Widerstandsänderung hervorruft, wird vermehrt zur Druckmessung, auch im Vakuum, ausgenutzt. Bei Metallen ist die Widerstandsänderung durch die geometrische Änderung des Leiters bestimmt (Querschnitt, Länge), bei Halbleitern zusätzlich durch die Änderung des spezifischen Widerstands des Materials, so dass bei letzteren der piezo-resistive Effekt verstärkt ist. Deswegen werden vor allem Halbleiter-Materialien zur Druckmessung nach diesem Prinzip eingesetzt.

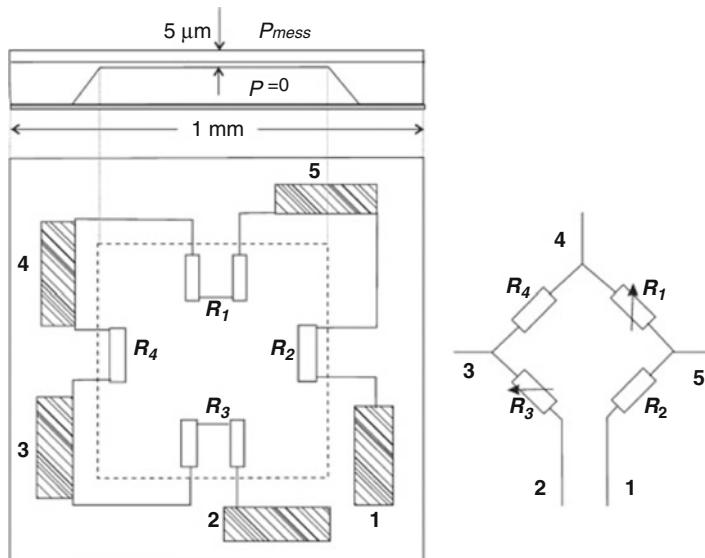


Abb. 11 Piezoresistives Vakuummeter

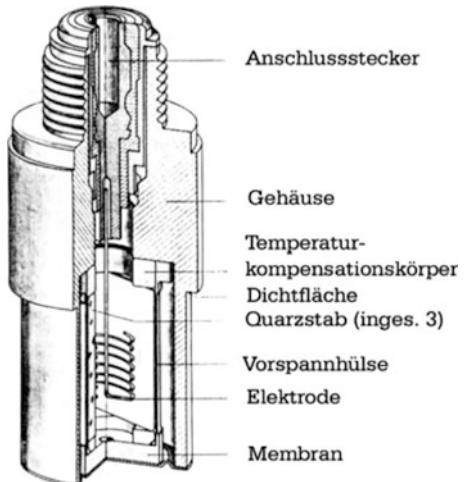
Kristallines Silizium hat hervorragende elastische Eigenschaften. Es kann bis nahe an die Bruchgrenze belastet werden, weist fast keine Hysterese auf und besitzt eine ausgezeichnete Stabilität. Silizium ist von der Mikroelektronikindustrie sehr ausgiebig erforscht und seine Bearbeitung hinsichtlich Dotierung, Aufbringen von Dünnschichtstrukturen, Ätzen usw. sehr gut beherrscht. Es ist deswegen das Material der Wahl.

Zur Messung der Widerstandsänderung werden dotierte, niederohmige Leiterbahnen in radialer und tangentialer Richtung der kreisförmigen Membran aufgebracht (Abb. 11). Die dünne Siliziumscheibe wird von der anderen Seite zu einer dünnen Membran geätzt. Die Widerstände sind in Serie geschaltet und Teil einer Widerstandsbrücke, die bei $p < 0,1 \text{ kPa}$ abgeglichen ist. Die Änderung des Gasdrucks bewirkt eine Verformung der Silizium-Membran und aus der daraus resultierenden Widerstandsänderung eine Verstimmung der Brücke. Das elektronisch linearisierte Signal ist proportional zum Absolutdruck und sowohl vom äußeren Luftdruck als auch von der Gasart unabhängig. Der Messkopf zeichnet sich durch ein sehr kleines Messvolumen von nur 1 cm^3 aus. Der Messbereich reicht von $0,1 \text{ kPa}$ – 100 kPa . Durch integrierte Schaltungstechnik lassen sich Verstärkerfunktionen direkt auf dem Sensorelement unterbringen. Wie bei allen Membranvakuummetern kann der Absolutdruck gemessen werden, wenn die Referenzseite unter die Auflösungsgrenze des Messgeräts evakuiert ist, und ein Differenzdruck, wenn die Referenzseite einem frei wählbaren Druck ausgesetzt werden kann.

Die starke Temperaturabhängigkeit von Halbleiterwiderständen muss durch geeignete Maßnahmen kompensiert werden. Dazu sei aber auf die weiterführende Literatur verwiesen [4].

Abb. 12

Piezodruckaufnehmer



2.5.4 Piezo-elektrische Vakuummeter

Beim piezo-elektrischen Effekt wird durch die Ausübung einer Kraft auf einen Quarzkristall an dessen Oberflächen Ladung erzeugt, die durch Elektroden abgenommen und mit geeigneten Instrumenten gemessen werden kann. Da ein von allen Seiten wirkender Druck keine Ladung erzeugt, wird beim piezoelektrischen Druckmesser eine Membran benutzt, die den Druck gemäß der Größe ihrer elastischen Fläche in eine Kraft umwandelt und dann von einem Quarzkristallstab gemessen wird. Die erzeugte Ladung wird über eine Elektrode auf den Anschlussstecker übertragen und über hochisolierende Verbindungskabel auf den Eingang eines Ladungsverstärkers gegeben und in eine Spannung gewandelt (Abb. 12).

2.5.5 Resonanz-Membranvakuummeter

Das Messprinzip des Resonanz-Membranvakuummeters [5] beruht auf der Frequenzänderung eines Resonators durch Spannungsänderungen im Festkörper, welche wiederum durch Druckänderungen auf eine Membran verursacht werden. Abb. 13 zeigt den Aufbau eines solchen Geräts, welches durch Mikrostrukturtechnik hergestellt wurde. Auf eine dünn geätzte Membran werden zwei „H“-förmige Resonatoren gesetzt, einer mittig, einer am Rande der Membran. Membran und Resonatoren bestehen aus einkristallinem Silizium, welches hervorragende elastische Eigenschaften besitzt. Die Resonatoren sind 30 µm breit, 500 µm lang und 5 µm hoch und befinden sich in einer speziell hergestellten Vakuumhülle, dessen Wand, wie der Resonator, aus hoch p-dotiertem Silizium besteht.

Die beiden Resonatoren sind von leicht unterschiedlicher Größe und damit unterschiedlicher Eigenfrequenz und werden durch Selbstoszillation angeregt. Der am Rande der Membran angebrachte Resonator 2 verringert seine Resonanzfrequenz f_2 (etwa 90 kHz) bei angelegtem Druck, beim in der Mitte angebrachten

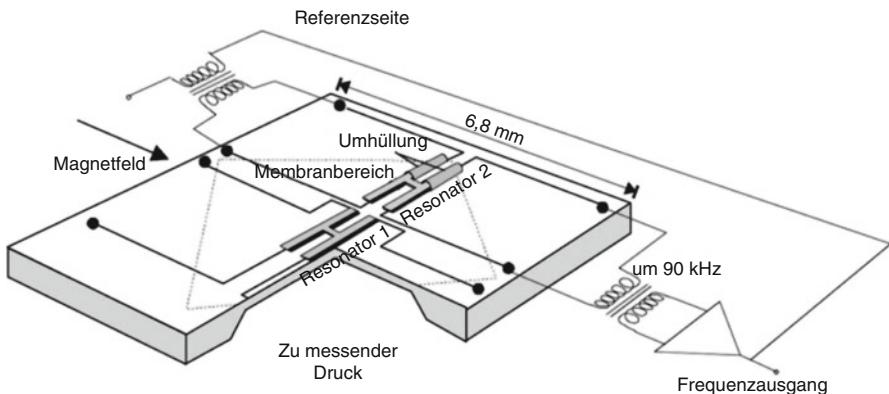


Abb. 13 Schema des Sensorchips eines Resonanz-Membranvakuummeters [5]. Die elektrische Ankopplung für den Resonator 2 ist zusätzlich eingezeichnet.

Resonator 1 wird f_1 erhöht. Die Differenz ($f_1 - f_2$) ist ein Maß für den Differenzdruck, die Summe ($f_1 + f_2$) für den gemeinsamen Basisdruck (line pressure) auf beiden Seiten der Membran. Die Isolierung der Resonatoren vom Umgebungsdruck durch die Vakuumhülle verhindert eine Abhängigkeit der Resonatorgüte (Q-Faktor) und der von ihr abhängigen Resonanzfrequenz vom Umgebungsdruck und ist damit von größter Wichtigkeit für die Genauigkeit des Sensors. Allein die Durchbiegung der Membran bewirkt so die Frequenzänderung. Ist die Oberseite der Membran unter die Auflösungsgrenze evakuiert, lässt sich der Sensor als Absolutdruckgerät einsetzen.

Zusätzliche, auf dem Chip angebrachte Temperatursensoren kompensieren Nullpunkts- und Empfindlichkeitsänderungen durch Temperaturänderungen. Die Frequenzänderung beträgt etwa 20 %, wenn 100 kPa Differenzdruck angelegt sind. Die relative Spannungsänderung im Siliziumkristall beträgt dabei $1 \cdot 10^{-4}$.

Der Messbereich dieser Sensoren beträgt bei höchster Genauigkeit (etwa $1 \cdot 10^{-4}$) 100 Pa–100 kPa. Auch die Langzeit- und Transportstabilität dieser Geräte hat sich als sehr hoch ($3 \cdot 10^{-5}$ bei 1 kPa) erwiesen [6]. Zurzeit sind sie nicht mehr kommerziell erhältlich.

2.5.6 Kapazitätsvakuummeter

Bei der kapazitiven Druckmessung ist die Messmembran, die sich druckbedingt durchbiegt, die eine Elektrode eines Kondensators. Die Kapazitätsänderung dieses Kondensators wird in Abhängigkeit von der Druckdifferenz zwischen den zwei Membranseiten gemessen. Weil das Messsignal auf einer Kapazitätssmessung beruht, nennt man sie Kapazitätsvakuummeter oder Kapazitätsmanometer (englisch: capacitance diaphragm gauge, CDG). Die hohe Empfindlichkeit dieser Druckmessmethode ermöglicht die Messung sehr kleiner Druckdifferenzen und damit auch von Absolutdrücken, wenn die Referenzseite einen Druck unterhalb der Auflösungsgrenze des Geräts besitzt. Die Auflösungsgrenze dieser Geräte liegt bei etwa 1 mPa.

Die 1949 begonnene Entwicklung kapazitiver Druckmessgeräte hat über verschiedene Entwicklungsstadien [7] zu Ausführungsformen geführt, die heute durch hohe Messgenauigkeit, Langzeitstabilität und Überlastbarkeit gekennzeichnet sind. Die an die Apparatur anzuschließenden Druckaufnehmer (Sensoren) sind robust und kompakt. Kapazitätsvakuummeter werden sowohl in industriellen Vakuumsystemen, besonders in der Halbleiterindustrie, als auch als Referenznormale (► Kap. 29, „Kalibrierung von Vakuummessgeräten“) in Kalibrierdiensten eingesetzt.

Ein Kapazitätsvakuummeter besteht aus dem eigentlichen Druckaufnehmer (englisch: transducer) und der das druckabhängige Signal verarbeitenden Elektronik mit einer entsprechenden Druckanzeige. Diese kann vollständig am Druckaufnehmer oder in einem separaten Gerät untergebracht sein. Im letzten Fall befindet sich am Druckaufnehmer jedoch ein Vorverstärker.

Je nach dem speziellen Einsatz und Messbereich gibt es eine Vielfalt von Konstruktionen handelsüblicher Druckaufnehmer. Ein Beispiel eines Kapazitätsvakuummeters ist schematisch in Abb. 14 gezeigt.

Die dem zu messenden Druck ausgesetzte Membran (2 ausgelenkt, 7 Nulllage in Druckgleichheit auf beiden Seiten der Membran) ist eine Kreisscheibe aus einem Material mit möglichst geringem Wärmeausdehnungskoeffizienten, z. B. INVAR, INCONEL® 600 oder Keramik, mit einer Dicke abhängig vom Vollausschlag bis herunter zu 25 µm. Sie ist eingeschweißt, geklebt oder gelötet. Zur Verbesserung der Nullpunktstabilität bildet die Membran mit einer Kreiselektrode c₁ und einer Ring-

Abb. 14 Kapazitiver Druckaufnehmer mit Invar-Membran (schematisch).
 1 Gehäuse; 2 Membran;
 3 Durchführung zum Kondensatorring c₂;
 4 Durchführung zum Kondensatorring c₁;
 5 Gaseinlass (Referenzdruck p₂); 6 Anschluss zum Vakuumbehälter mit dem zu messenden Druck p₁;
 7 Membran in Nulllage (p₁ = p₂); δ Membrandicke, Δs Auslenkung der Membran, S₀ Abstand Membran-Kondensatorplatte c₁

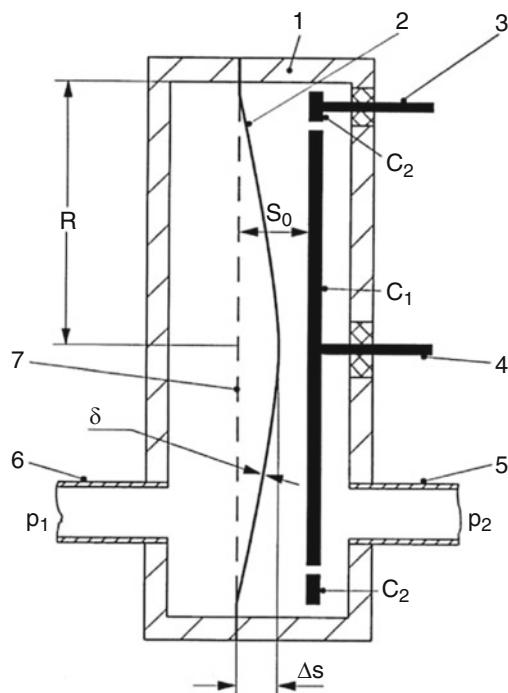


Abb. 15 Messschema eines Kapazitätsvakuumeters der Firma MKS (Abb. 14). C_i ist die Kapazität zwischen Membrane und innerer Elektrode, C_a zwischen Membrane und äußerer Ringelektrode.

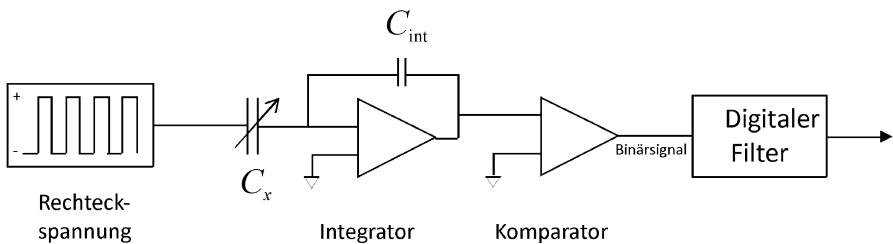
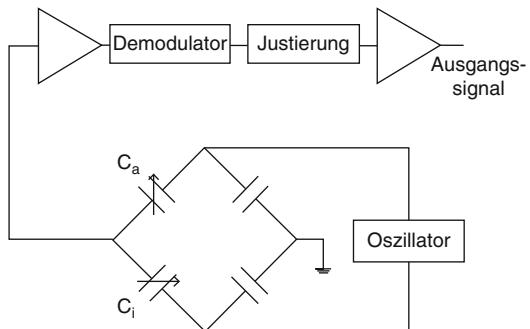


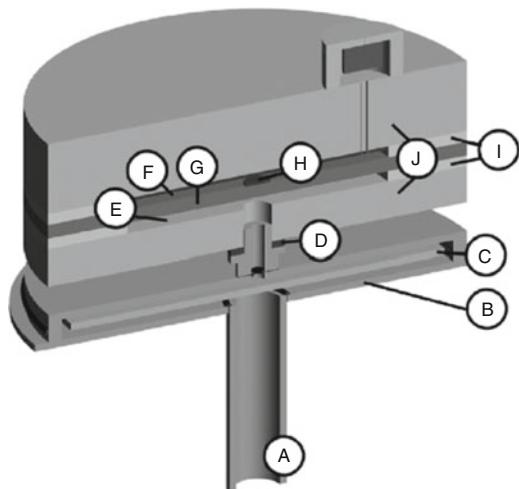
Abb. 16 Messschema eines Kapazitätsvakuumeters unter Benutzung eines Kapazitäts-Digitalwandlers wie bei den Geräten der Firma INFICON AG (Abb. 17). Mit freundlicher Genehmigung der INFICON AG, Liechtenstein

elektrode c_2 zwei Kondensatoren. Die Differenz der Kapazitäten der beiden Kondensatoren wird als Messsignal verwendet. Beide Kondensatoren sind Teile einer aus insgesamt vier Kondensatoren bestehenden Messbrücke. Abb. 15 zeigt eine mögliche Messkette. Der Oszillator sendet ein festes Signal (Frequenz meist 10 kHz, aber auch 85 kHz) an den Druckaufnehmer, der aus den zwei Kondensatoren mit den Kapazitäten C_i und C_a besteht. Die Messbrücke verändert das Oszillatorsignal in Amplitude und Phase. Die Amplitude ist linear zum Druck. Bei negativem Druck ($p_2 > p_1$ in Abb. 14) ist die Phasenlage um 180° gegenüber positivem Druck ($p_2 < p_1$) gedreht. Nach der Demodulation mit dem Oszillatorsignal entsteht ein Gleichspannungssignal, das linearisiert und verstärkt wird.

Eine weitere Methode, um die Kapazität zu messen, ist die Verwendung eines Kapazitäts-Digitalwandlers (Abb. 16). Eine Rechteckspannungsquelle (Spannung V) wird an den Kondensator der zu messenden Kapazität C_x gelegt und lädt diesen mit der Ladung $Q = C_x V$. Diese Ladung wird in einen Ladungsausgleichsmodulator eingespeist. Der Integrator gleicht die Ladung aus, während der folgende Komparator mit hoher Frequenz prüft, ob die Spannung höher oder niedriger als Null ist und das entsprechende binäre Signal weiterleitet. Dieses wird vom Rauschen gefiltert und verstärkt.

In üblichen Druckaufnehmern dieser Art sind die GegenElektroden als metallische Schichten auf einer gemeinsamen Keramikscheibe (Forsterit) aufgetragen. Das Gehäuse 1 (Abb. 14) ist mit zwei Gaseinlassröhren 5 und 6 bestückt, die zum

Abb. 17 Absolut messendes Kapazitätsvakuummeter mit Keramikmembran:
 A Verbindung zum Vakuumsystem;
 B Schutzkammer mit
 C Plasmashield; D Metall-
 Keramik-Übergang (Vacon);
 E Messkammer;
 F Referenzkammer;
 G Keramikmembran aus
 Al_2O_3 ; H Goldelektrode;
 I Glas-Keramik-Übergang;
 J Keramikgehäuse aus Al_2O_3 ;
 Mit freundlicher Genehmigung der INFICON AG



Anschluss an die Apparatur mit geeigneten vakuumdichten Verbindungen (Schraubverbindungen, Kleinfanschen) versehen sind. Solche Druckaufnehmer haben (ohne Einlassröhren) ein inneres Volumen von etwa $2,5 \text{ cm}^3$. Das variable Volumen der Membran beläuft sich typisch auf $0,18 \text{ cm}^3$ [8].

Mit dem Druckaufnehmer können Differenzdrücke $\Delta p = p_1 - p_2$, aber auch Absolutdrücke gemessen werden, wenn die Referenzseite (rechts in Abb. 14) unter die Auflösungsgrenze des Geräts gepumpt wird. Die meisten Druckaufnehmer werden mit einem Referenzvolumen angeboten, welches evakuiert und verschlossen ist. Ein in der Referenzseite eingebrachtes Gettermaterial sorgt dafür, dass der niedrige Druck langfristig erhalten bleibt. Ein solches Kapazitätsvakuummeter mit Keramikmembran ist in Abb. 17 gezeigt.

Der Messbereich des Druckaufnehmers hängt bei gleich bleibenden Abmessungen von der Dicke der eingebauten Membran ab. Er wird durch den maximal messbaren Druck, den Druck bei Vollauschlag charakterisiert. Handelsübliche Aufnehmer haben Vollausschläge von 13,3 Pa, 133 Pa, 1,3 kPa, 13 kPa und 133 kPa und können zwischen 3 1/2 und 5 1/2 Stellen anzeigen. Bei Überschreiten des maximal messbaren Druckes (um etwa 20 %) berührt die ausgelenkte Membran die gegenüberliegende Kondensatorelektrode, so dass eine Zerstörung der Membran vermieden wird. Jedoch kann bei einigen Geräten eine vorausgegangene Kalibrierung des Geräts bei einer solchen Überlastung ungültig werden.

Mit sehr empfindlichen kapazitiven Druckaufnehmern, die eine Membran mit einer Dicke von nur ca. 0,025 mm verwenden, können Differenzdrücke oder auch Absolutdrücke von etwa 1 mPa gemessen werden. Dabei beträgt die Auslenkung der Membran nur etwa 0,4 nm (wenig mehr als der Durchmesser eines Atoms!), die noch eine Kapazitätsänderung von etwa 10^{-4} pF hervorruft. Bei Vollauschlag lenkt die Membran um einige μm aus.

Wird ein Kapazitätsvakuummeter auf Differenzdruck kalibriert, wobei der Referenzdruck (englisch: line pressure) $p_{\text{ref}} \neq 0$, und soll diese Kalibrierung bei

einem anderen Referenzdruck, z. B. auch $p_{\text{ref}} = 0$ verwendet werden, so kann die Membran in einem anderen Spannungszustand sein, weil der von außen nach innen wirkende Differenzdruck unterschiedlich ist, so dass die Kalibrierung beim ursprünglichen Referenzdruck nicht übertragen werden kann. Deswegen gibt es Ausführungsformen mit einem Schutzvolumen (guard volume), das die Membranbefestigung umgibt und das immer mit demselben Druck beaufschlagt wird wie die Referenzseite, so dass keine Übertragung mechanischer Spannung von außen auf die Membran geschieht. Jedoch ist bei $p_{\text{ref}} \neq 0$ zu beachten, dass die Dielektrizitätskonstante des betreffenden Gases die Kapazität des Messsensors auf der Referenzseite beeinflusst [9].

2.5.7 Thermische Transpiration

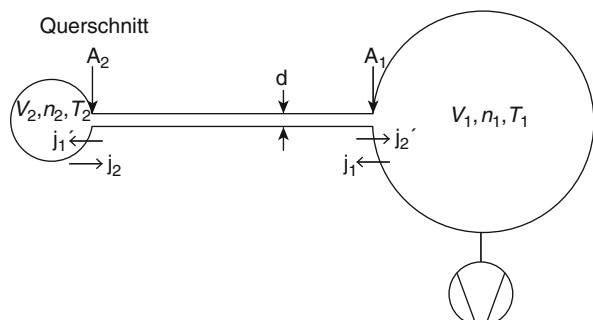
Thermische Transpiration tritt immer dann auf, wenn sich Teile eines Vakuumsystems auf unterschiedlicher Temperatur befinden, die durch kleine Leitwerte bei Knudsenzahlen $\text{Kn} > 0,5$ getrennt sind (Abb. 18). Beispielsweise tritt thermische Transpiration auf, wenn Kapazitätsvakuummeter zur Verbesserung der Nullpunktstabilität auf einer konstanten Temperatur T_2 gehalten werden, die höher als die Temperatur $T_1 \asymp T_{\text{raum}}$ des übrigen Vakuumsystems ist. Im Falle der Kapazitätsvakuummeter ist der Effekt wegen ihrer Messgenauigkeit besonders wichtig. Der Effekt der thermischen Transpiration wurde von der Physik her im ► Abschn. 1.7 von Kap. 10, „Strömung von Gasen durch Rohre und Blenden“ behandelt.

Aus Gl. 44 mit Gl. 47 in ► Kap. 10, „Strömung von Gasen durch Rohre und Blenden“ folgt, dass

$$\frac{p_2}{p_1} = \sqrt{\frac{T_2}{T_1}} \quad (2)$$

Gl. 2 bedeutet, dass im molekularen Strömungsgebiet ($\text{Kn} \gg 0,5$) der Teil einer Vakuumkammer sich auf einem höheren Druck befindet, der die höhere Temperatur besitzt. Im geheizten Kapazitätsvakuummeter bedeutet dies, dass die Druckanzeige im molekularen Strömungsgebiet gegenüber dem Druck im Rezipienten erhöht ist, während im viskosen Strömungsbereich ($\text{Kn} < 0,5$, in der Praxis $p > 100 \text{ Pa}$) der Druck im Messgerät derselbe ist wie im Rezipienten ($p_2/p_1 = 1$).

Abb. 18 Schemazeichnung zur thermischen Transpiration. Zwei Volumina unterschiedlicher Temperatur sind durch ein Rohr mit kleinen Leitwert verbunden, wobei die Knudsenzahl $\text{Kn} > 0,5$.



Zwischen diesen beiden Bereichen gibt es ein Übergangsgebiet, das mit verschiedenen empirischen Formeln beschrieben werden kann. Am gebräuchlichsten ist die von *Takaishi* und *Sensui* [10], die auf einer zuerst von *Liang* [11] angegebenen Gleichung beruht. Die Formel von Takaishi und Sensui lautet:

$$\frac{p_2}{p_1} = \frac{AX^2 + BX + C\sqrt{X} + \sqrt{\frac{T_2}{T_1}}}{AX^2 + BX + C\sqrt{X} + 1}$$

$$X = 0,133 p_2 d [p_2] = \text{Pa}, [d] = \text{m} \quad (3)$$

$$A = A * T_m^{-2}$$

$$B = B * T_m^{-1}$$

$$C = C * T_m^{-0,5}$$

$$T_m = (T_1 + T_2)/2$$

d ist der Durchmesser des Rohres, bei dem der Übergang von T_2 nach T_1 stattfindet. Tab. 1 gibt die von Takaishi und Sensui eingeführten Konstanten A^* , B^* , C^* für einige Gase wieder.

Eine weitere Beschreibung des Übergangsgebiets, die durch die Verwendung der Knudsenzahl für alle Gasarten anwendbar ist, hat Setina [12] angegeben.

Jitschin und Röhl [13] stellten fest, dass bei genauen Messungen kleine systematische Abweichungen der Takaishi-Sensui-Formel von den Messkurven auftreten und führten dies auf eine Materialabhängigkeit der Molekül-Oberfläche-Wechselwirkung, die durch die Konstanten A^* , B^* , C^* beschrieben wird, zurück. Sie verzichteten jedoch auf eine Neubestimmung dieser Parameter und schlugen die Verwendung angepasster d_{eff} und $T_{2, \text{eff}}$ -Werte vor, um eine genauere Beschreibung des Übergangsgebiets mit Gl. 3 zu erhalten. Allerdings weichen diese effektiven Werte erheblich von der tatsächlichen physikalischen Größe ab, so dass davon abgesehen werden sollte, mit den bei einer Kalibrierung für eine Gasart erhaltenen

Tab. 1 Werte der Konstanten A^* , B^* , C^* in Gl. 3. Aus [10, 14]

Gasart	$\frac{A^*}{\text{Pa}^2 \text{m}^2}$	$\frac{B^*}{\text{Pa m}}$	$\frac{C^*}{\sqrt{\text{Pa}} \sqrt{\text{m}}}$
H ₂	$1,24 \cdot 10^5$	$8 \cdot 10^2$	10,6
He	$1,5 \cdot 10^5$	$1,15 \cdot 10^2$	19
CH ₄	$1,45 \cdot 10^5$	$1,5 \cdot 10^3$	13
Ne	$2,65 \cdot 10^5$	$1,88 \cdot 10^2$	30
N ₂	$1,2 \cdot 10^6$	$1 \cdot 10^3$	14
O ₂	$8 \cdot 10^5$	$1,75 \cdot 10^3$	—
Ar	$1,08 \cdot 10^6$	$8,08 \cdot 10^2$	15,6
Kr	$1,45 \cdot 10^6$	$1,5 \cdot 10^3$	13,7
Xe	$3,5 \cdot 10^6$	$4,14 \cdot 10^3$	10
SF ₆	$1,53 \cdot 10^7$	$2,42 \cdot 10^4$	4,4

Werten die Kurve im Übergangsgebiet für eine andere Gasart zu berechnen. Hierzu sollte man lieber das Verfahren von Poulter [14] oder die Formel von Setina [12] anwenden.

In Abb. 3 in ► Kap. 29, „Kalibrierung von Vakuummessgeräten“ ist eine Kalibrierkurve eines Kapazitätsvakuummeters für Helium und Stickstoff gezeigt.

2.6 Druckschalter und Druckregler

Oft ist es beim Arbeiten mit Vakumanlagen erwünscht, beim Erreichen eines bestimmten Drucks Ventile zu öffnen oder zu schließen, Pumpen ab- oder anzuschalten, Signale auszulösen, Heizungen an- oder abzuschalten und ähnliche Vorgänge auszulösen. Hierzu dienen sogenannte Druckschalter, die beim Erreichen des dem Schaltpunkt entsprechenden Druckes (Schaltdruck) den Schaltvorgang auslösen. Druckregler sorgen dafür, dass bei einem Vakuumverfahren ein bestimmter Prozessdruck nicht überschritten wird.

Die in der Vakuumtechnik verwendeten Konstruktionen schließen sich im Wesentlichen an die Konstruktion mechanischer Vakuummeter an. Es genügt daher, im Rahmen dieses Abschnitts auf den am meisten verwendeten Membrandruckschalter bzw. Membrandruckregler einzugehen.

Der Membrandruckschalter (Abb. 19) besteht aus einer dünnwandigen Membran (2), die das Volumen des Schalters in eine Messkammer (8) und ein Bezugsvolumen (3) trennt. In diesem befindet sich ein Kontaktstift (4), der isoliert (5) nach außen geführt ist. Den Gegenkontakt bildet die auf Masse liegende Membran. Das Einstellen des gewünschten Schaltpunktes erfolgt über ein kleines, eingebautes Ventil (1); bei geöffnetem Ventil wird über (7) Gas mit dem Solldruck p_0 (Referenzdruck) eingelassen, so dass in (3) und (8) Druckgleichheit herrscht und die Membran im entspannten Zustand ist. Sie berührt dabei den Kontaktstift (4). Zur Sicherstellung dieser Berührung, vor allem aber zum Ausgleich von Fertigungstoleranzen, die höchstens einige hundertstel Millimeter betragen, wird die Membran mittels der Stellschraube (9) federnd an den Kontakt (4) leicht angedrückt. Das Prinzip der entspannten Membran führt zu einer hohen Langzeitstabilität und einer hohen Schaltgenauigkeit von ± 10 Pa.

Unterschreitet der Druck in der Messkammer den eingestellten Referenzwert p_0 um mehr als 10 Pa, öffnet sich der Kontakt und bringt das Relais des angeschlossenen Schaltverstärkers zum Ansprechen. Dem Schaltkreis des Verstärkers ist gewöhnlich eine Kippstufe mit Verzögerung von ca. 0,5 s vorgeschaltet. Damit wird ein flatterfreies Anziehen des Ausgangsrelais gewährleistet. Aus Sicherheitsgründen ist der Abschaltvorgang im Regelfall nicht verzögert.

Als eine Weiterentwicklung des eben beschriebenen Membrandruckschalters ist der in Abb. 20 schematisch dargestellte Membrandruckregler anzusehen. Er ist dadurch gekennzeichnet, dass in der Regelkammer eine Drosselstelle eingebaut ist. Dieses Einstellen des Referenzdruckes p_0 erfolgt genauso wie beim oben beschriebenen Membrandruckschalter. Bei Druckgleichheit zwischen den beiden Kammern (3) und (7) liegt die Drosselstelle an der Membran (2) an. Steigt der Druck im

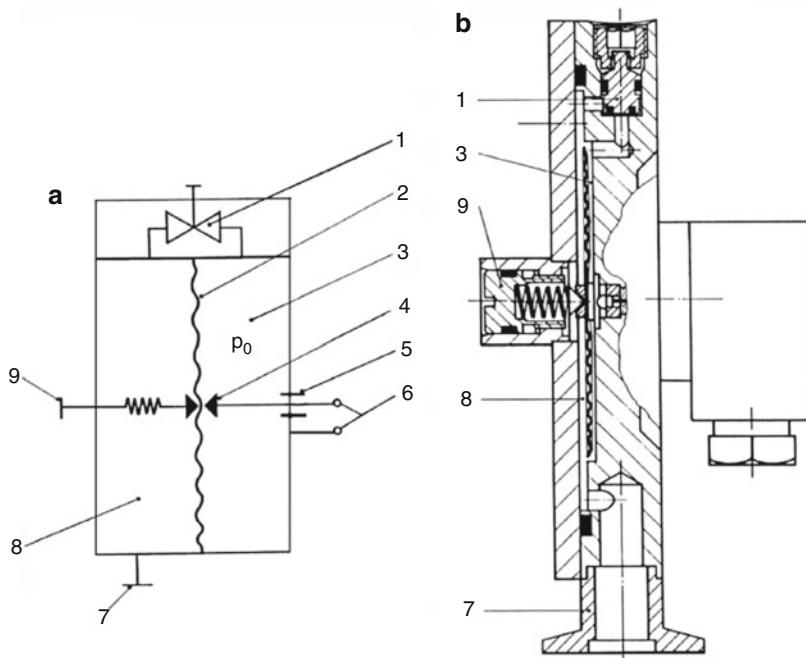


Abb. 19 Membrandruckschalter: **a** Prinzip **b** Schnitt. 1 Bypassventil; 2 Membran; 3 Bezugsvolumen; 4 Kontaktstift; 5 Stromdurchführung; 6 Elektrischer Anschluss; 7 Anschlussflansch; 8 Messkammer; 9 Stellschraube

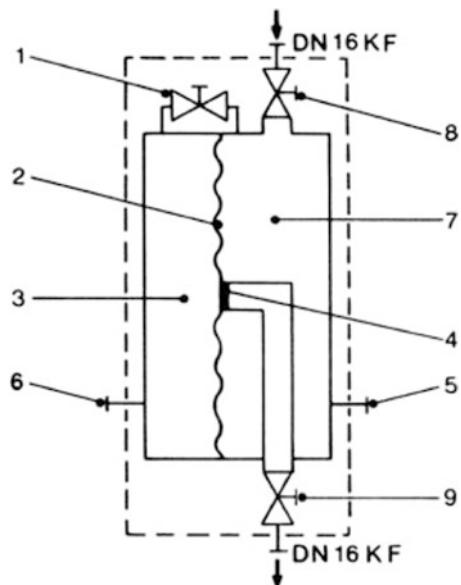
Rezipienten infolge Gasanfalls an, dann hebt sich bei geöffnetem Ventil (8) die Membran von der Drosselstelle ab und gibt über das offene Ventil (9) den Pumpweg frei. Die nunmehr am Rezipienten wirksame Pumpe senkt den Druck in diesem ab. Sobald der eingestellte Prozessdruck p_0 wieder erreicht ist, legt sich die Membran an die Drosselstelle an. Der Pumpweg wird gesperrt und damit eine weitere Druckminderung im Rezipienten vermieden.

In Analogie zum Membranvakuummeter beträgt der Regelbereich (Bereich der einstellbaren Referenzdrücke p_0) des Membrandruckschalters 1 kPa–100 kPa. Die Ansprechzeiten betragen wenige Millisekunden, die Regelgenauigkeit beträgt wenige Prozente des eingestellten Referenzdruckes. Mit den in Abb. 20 angegebenen Größen der Ventile (8) und (9) (DN 16) beträgt der maximale Gasstrom $16 \text{ m}^3/\text{h}$ bei Normalbedingungen (T_n, p_n).

3 Gasreibungsvakuummeter (Spinning Rotor Gauge)

Im Gl. 4 ► Abschn. 2 von Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ wurde gezeigt, dass die Reibungskraft eines Gases zwischen einer bewegten und einer festen Wand bei niedrigen Drücken proportional der Gasdichte n bzw. dem Druck

Abb. 20 Prinzip des Membrandruckreglers:
 1 Bypassventil; 2 Membran;
 3 Bezugsvolumen
 (Referenzdruck p_0);
 4 Drosselstelle;
 5 Messanschluss
 Prozessdruck;
 6 Messanschluss
 Referenzdruck;
 7 Regelkammer;
 8 Rezipientenventil; 9 Ventil
 zur Vakuumpumpe



p ist. Genauer ist sie proportional der Auftreffrate $n\bar{c}/4$ der Gasteilchen. Niedrige Drücke bedeutet dabei, dass die mittlere freie Weglänge \bar{l} der Gasteilchen größer ist als der Abstand d zwischen den Wänden. Will man diesen Effekt in einem Vakuummessgerät, bei dem man Wandabstände der Größenordnung 1 cm realisieren kann, ausnutzen, so ersieht man aus Tab. 9 im ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“, dass der Druckwert kleiner 1 Pa sein muss.

Meyer [15], Maxwell [16], Kundt und Warburg [17], Sutherland [18], Hogg [19] und Knudsen versuchten die Gasreibung mit Scheiben zu messen, die an dünnen Torsionsglasfäden aufgehängt wurden. Eine darunter angeordnete rotierende Scheibe gleicher Geometrie nimmt die obere durch die Gasreibung mit, bis das Verdrillungsmoment gleich dem Reibungsmoment ist. Der Verdrehungswinkel ist dann ein Maß für den Druck. Bei diesen früheren Versuchen war jedoch die Reibung der Scheibenauflageung zu groß. Erst nach dem Jahr 1937, als die magnetische Aufhängung die Möglichkeit der reibungsfreien Aufhängung [20] ermöglichte, konnte der Gasreibungseffekt erfolgreich für die Messung des Gasdrucks angewendet werden. Die ersten Geräte von Beams [21, 22] waren schwer zu handhaben und erst mit der Entwicklung von Fremerey [23–26] wurde ein überzeugendes Vakuummessgerät hergestellt.

3.1 Messanordnung und Messprinzip

In Abb. 21 ist die schematische Anordnung der wesentlichen Teile eines Gasreibungsvakuummeters und ein Schnitt durch den Messkopf dargestellt. In einem an das Vakuumgefäß angeflanschten Rohr (2) (Länge 60 mm, Innendurchmesser

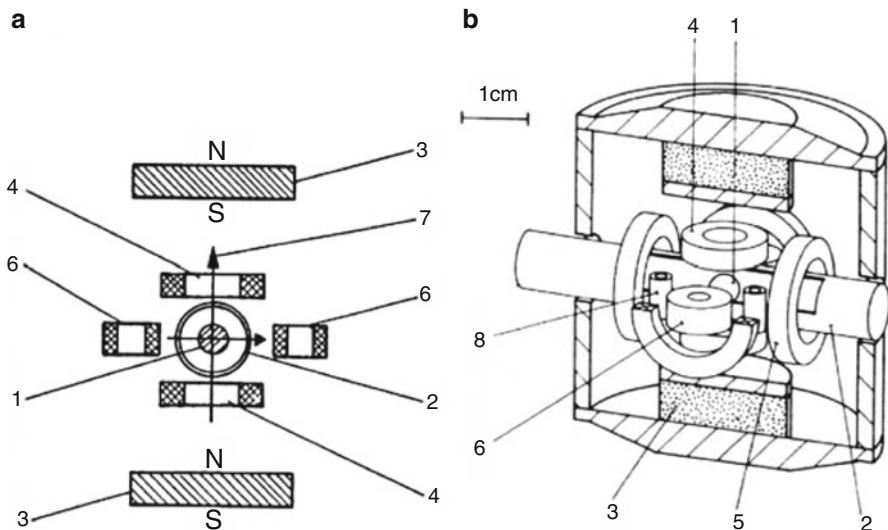


Abb. 21 a Schema, b Schnitt durch den Messkopf des Gasreibungsvakuummeters. 1 Rotor; 2 Vakuumrohr; 3 Permanentmagnete; 4 zwei Vertikalstabilisierungsspulen; 5 vier Antriebsspulen; 6 zwei Signalaufnehmerspulen; 7 Drehachse; 8 vier Horizontalstabilisierungsspulen

7,5 mm) wird eine Kugel (1) aus Stahl oder, vorzugsweise, aus Edelstahl (Durchmesser 4 mm bis 4,76 mm) magnetisch frei schwebend aufgehängt. Die Gewichtskraft der Kugel wird im Wesentlichen durch das Magnetfeld der Permanentmagnete (3) kompensiert, das überlagerte, inhomogene Magnetfeld der Spulen (4) hält die Kugel an ihrem Ort fest.

Mit den zwei Spulen (4) wird die Kugel vertikal, mit den vier Spulen (8) horizontal stabilisiert [26]. Vier Antriebsspulen (5) erzeugen ein in der horizontalen Ebene mit der Frequenz ν_0 von etwa 415 Hz umlaufendes Drehfeld, das die Kugel um die vertikale Achse (7) auf die Anfangsdrehfrequenz ν_0 antreibt. Nach Erreichen dieser Drehfrequenz wird das Drehfeld abgeschaltet. Die Drehfrequenz der Kugel nimmt dann gemäß der auf sie wirkenden Bremsmomente, unter anderem durch die auf sie treffenden Gasmoleküle, ab. Die relative Frequenzabnahme $\Delta\nu/\nu$ der Kugel (DCR-Signal, deceleration rate) ist das Messsignal. Sie wird durch zwei in der Horizontalebene liegende Aufnehmerspulen (6) erfasst. Das azimutal inhomogene Magnetfeld der Kugel, das durch ein magnetisches Moment charakterisiert wird, erzeugt in den Aufnehmerspulen (6) eine Wechselspannung mit der Drehfrequenz der Kugel. Durch den in den Aufnehmerspulen erzeugten Strom sowie durch Wirbelströme, die das magnetische Moment der Kugel in der Umgebung der Kugel, besonders im Vakuumrohr (2), erzeugt, und durch Wirbelströme, die in der Kugel selbst durch die Inhomogenität des Magnetfelds erzeugt werden, verliert die Kugel Energie und wird dadurch, unabhängig von der Zahl der auf sie treffenden Gasteilchen, abgebremst. Dieser druckunabhängige Offset (Restabbremsung, residual drag) muss vom Messsignal abgezogen werden.

3.2 Bremsung durch Gasreibung

Befindet sich im Rohr (2) (Abb. 21) ein Gas vom Druck $p = n k T$ (n Teilchenanzahlldichte), so trifft auf jedes Flächenelement dA der Kugeloberfläche ein Teilchenstrom nach Gl. 46, Tab. 10 im ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“.

$$dq_N = \frac{n\bar{c}}{4} dA$$

Bei der Wechselwirkung mit der Oberfläche bei einer kurzandauernden Adsorption erhält jedes Teilchen von der rotierenden Kugeloberfläche den Impuls

$$P = \sigma_t m v_t \quad (4)$$

übertragen (Abb. 22), wenn v_t die Tangentialgeschwindigkeit des betrachteten Kugeloberflächenelements dA und σ_t der tangentiale Impulsaustauschkoeffizient ist (siehe ► Abschn. 2 in Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“).

Aufgrund des Gesetzes der Impulserhaltung wird auf die Kugel ein gleich großer, entgegengesetzt gerichteter und daher bremsender Impuls auf die Kugel übertragen. Auf das Flächenelement dA der Kugeloberfläche wirkt somit die Bremskraft $dF = P dN/dt = P dq_N$

$$dF = \sigma_t m v_t \frac{n\bar{c}}{4} dA \quad (5)$$

Die Bremskraft ist also umso größer, je höher die Oberflächengeschwindigkeit v_t der Kugel und somit ihre Drehfrequenz ist. Die Kugelzone zwischen ϕ und $\phi + d\phi$

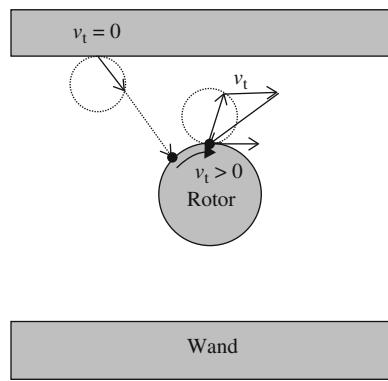
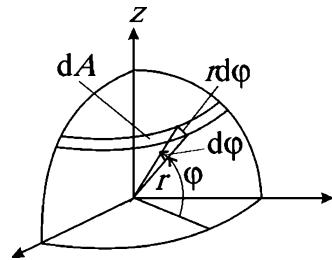


Abb. 22 Prinzip des Gasreibungsvakuumeters. Im ruhenden Wandsystem haben die die Wand verlassenden Gasteilchen eine Zufallsverteilung gemäß dem $\cos \theta$ -Gesetz. Nach dem Verlassen des Rotors haben sie durch die Akkommodation jedoch eine Vorzugsrichtung in Richtung der Tangentialgeschwindigkeit v_t des Rotors. Somit muss beim Auftreffen des Gasteilchens auf den Rotor Impuls in Gegenrichtung des Rotors übertragen werden sein.

Abb. 23 Geometrie der Kugel zur Berechnung der Bremskraft



(ϕ azimutaler Winkel, geografische Breite, der Kugel, d. h. $\phi = \pm 90^\circ$ Pole) hat die Fläche (Abb. 23)

$$dA = 2\pi r \cos \phi r d\phi \quad (6)$$

und die Geschwindigkeit

$$v_t = \omega r \cos \phi \quad (7)$$

wenn r den Kugelradius und $\omega = 2 \pi \nu$ die Kreisfrequenz bedeutet.

Eingesetzt in Gl. 5 ergibt sich somit als Bremskraft für das azimutale Band zwischen ϕ und $\phi + d\phi$

$$dF = \sigma_t \frac{n\bar{c}}{4} m \omega r \cos \phi 2\pi r \cos \phi r d\phi \quad (8)$$

und das bremsende Drehmoment

$$dM = -r \cos \phi dF \quad (9)$$

Die Integration von dM über die Kugeloberfläche ergibt mit $n\bar{c}m = 8p/\pi\bar{c}$ und dem Kugelvolumen $V = 4 \pi r^3/3$ das vom Gas herrührende Bremsmoment

$$M_{\text{Gas}} = -\frac{4\sigma_t}{\pi\bar{c}} r V \omega p \quad (10)$$

Gl. 10 setzt voraus, dass die auf die Kugel treffenden Teilchen eine ungestörte Geschwindigkeitsverteilung besitzen (nur dann gilt Gl. 46 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“). Ist der Druck im Rohr (2) genügend klein, dann stoßen die Teilchen, die beim Stoß auf die Kugel einen Zusatzimpuls in Richtung der Oberflächengeschwindigkeit der Kugel erhalten haben, auf die Rohrwand, akkommodieren dort (vgl. dazu ► Abschn. 1 im Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“) und werden mit einer der Wandtemperatur T_W entsprechenden Verteilung reemittiert. Die mittlere Geschwindigkeit in Gl. 10 ist dann

$$\bar{c} = \sqrt{8kT_W/\pi m}$$

Dieser Vorgang wird sich in der geschilderten Weise wiederholen, solange die mittlere freie Weglänge λ der Teilchen größer als die Gefäßdimensionen, also etwa $\lambda > 7,5 \text{ mm}$ ist. Tab. 9 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ gibt als Größenordnung die Werte $\bar{l}_p \asymp 7,5 \text{ mmPa}$. Gl. 10 wird also bis zu Drücken von etwa 1 Pa gelten.

Die Abbremsung der Kugel durch die Gasreibung berechnet sich nun, wenn Θ das Trägheitsmoment der Kugel bezeichnet, aus der Gleichung

$$\frac{d}{dt}(\Theta\omega) = \Theta \frac{d\omega}{dt} + \omega \frac{d\Theta}{dt} = M_{\text{Gas}} + M_{\text{Rest}} \quad (11)$$

Der zweite Term $\omega d\Theta/dt$ beschreibt die zeitliche Änderung des Trägheitsmoments der Kugel und kann bei Temperaturänderungen eine Rolle spielen. In der Regel ist dieser Term jedoch klein und soll zunächst vernachlässigt werden. Wenn zusätzlich zunächst das Moment der druckunabhängigen Restabbremsung M_{Rest} vernachlässigt wird, dann folgt aus Gl. 10 und 11 für die relative zeitliche Frequenzabnahme der Kugel mit $\Theta = 2/5 m_{\text{rotor}} r^2$

$$-\frac{\dot{\omega}}{\omega} = \frac{10}{\pi} \frac{\sigma_t}{r\rho} \frac{p}{c} \quad (12)$$

Dabei bezeichnet $\rho = m_{\text{rotor}}/V$ die Dichte der Kugel. Das bedeutet, dass die zeitliche Frequenzabnahme $-\dot{\omega}$ der Kugel umso größer ist, je schneller die Kugel dreht, die relative zeitliche Frequenzabnahme (relative Abbremsrate) $-\dot{\omega}/\omega$ ist jedoch bei konstantem Druck konstant. Aus der gemessenen relativen Abbremsrate $\dot{\omega}/\omega$ lässt sich somit der Druck p durch Umformung der Gl. 12 bestimmen.

$$p = \frac{\pi \bar{c} r \rho}{10 \sigma_t} \left(-\frac{\dot{\omega}}{\omega} \right) \quad (13)$$

Experimentell hat sich gezeigt, dass auch das abbremsende Drehmoment M_{Rest} , das durch den Energieverlust in Wirbelströmen verursacht ist, im Wesentlichen proportional ω ist, und

$$M_{\text{Rest}} \approx \text{const} \cdot \omega \quad (14)$$

gesetzt werden kann. Wenn man also M_{Rest} in Gl. 11 nicht mehr vernachlässigt, erhält man

$$p = \frac{\pi \bar{c} r \rho}{10 \sigma_t} \left(-\frac{\dot{\omega}}{\omega} - \text{RA} \right) \quad (15)$$

wobei RA die Restabbremsung (residual drag) mit $\text{RA} = \text{const}/\Theta$ bezeichnet. Es muss jedoch betont werden, dass Gl. 14 nur näherungsweise gilt und es durchaus häufig vorkommt, dass RA von der Rotorfrequenz abhängt: $\text{RA} = \text{RA}(\omega)$. In der Regel nimmt RA mit der Frequenz $\omega/2 \pi$ ab, sehr selten wird eine Erhöhung von RA mit $\omega/2 \pi$ beobachtet.

Bei Temperaturerhöhung des Rotors dehnt sich derselbe aus, sein Trägheitsmoment wird größer, d. h., er wird sich zusätzlich verlangsamen, während er bei Temperaturniedrigung beschleunigt (Pirouetten-Effekt). Weller hat analysiert, welche quantitativen Auswirkungen eine stetige Temperaturänderung dT_{rotor}/dt des Rotors auf das Messsignal hat [27]. Es gilt bei konstantem Druck und konstantem RA annähernd

$$-\frac{\dot{\omega}}{\omega} = 2\alpha \frac{dT_{\text{rotor}}}{dt} \quad (16)$$

wenn α den Wärmeausdehnungskoeffizienten des Rotormaterials beschreibt. Eine Temperaturerhöhung des Rotors findet vor allem beim ersten Antrieb der Kugel statt, mit anschließender Abkühlung. Deswegen sollten nach dem ersten Antrieb der Kugel einige Stunden bis zu genauen Druckmessungen verstreichen. Lassen wir somit wieder die Näherungen fallen, die uns von Gl. 11 auf Gl. 12 führten, erhalten wir statt Gl. 13 bzw. Gl. 15

$$p = \frac{\pi \bar{c} r \rho}{10 \sigma_t} \left(-\frac{\dot{\omega}}{\omega} - \text{RA}(\omega) - 2\alpha \frac{dT_{\text{rotor}}}{dt} \right) \quad (17)$$

Der tangentiale Impulsakkommodationskoeffizient σ_t an der Oberfläche technisch glatter Kugellagerkugeln beträgt etwa 1 und hängt leicht von der Gasart ab. Es hat sich allerdings in Experimenten gezeigt, dass auch die Rauigkeit der Kugel eine erhebliche Rolle spielt.

Fremerey [26] hat ein einfaches Modell angegeben, in dem die Rauigkeit der Kugeloberfläche durch ebene Flächenelemente, die um einen einzigen Winkel θ_r gegen die geometrische Oberfläche geneigt sind, charakterisiert wird (Abb. 24). Jedem dieser Flächenelemente wird ein Bruchteil f_n zugeordnet, der mit den Gasteilchen in der Bewegungsrichtung des Flächenelements wechselwirkt, d. h. „normal“, und ein Bruchteil $f_t = 1 - f_n$, der mit den Gasteilchen senkrecht zur Bewegungsrichtung des Flächenelements wechselwirkt, d. h. tangential. Für die tangentiale Wechselwirkung beschreibt $\sigma_t(0-1)$ das Maß der Übertragung des Tangentialimpulses, für die normale Wechselwirkung beschreibt $\beta(0-1)$ das Maß der Übertragung der kinetischen Energie. Abb. 25 gibt die Abhängigkeit des effektiven Akkommodationskoeffizienten σ_{eff} vom Rauigkeitsparameter $\tan \theta_r$ an, bei Extremwerten von σ_t und β .

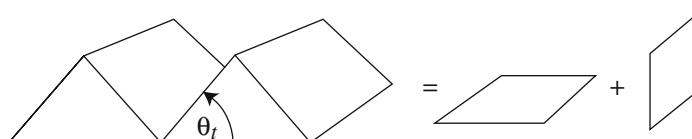
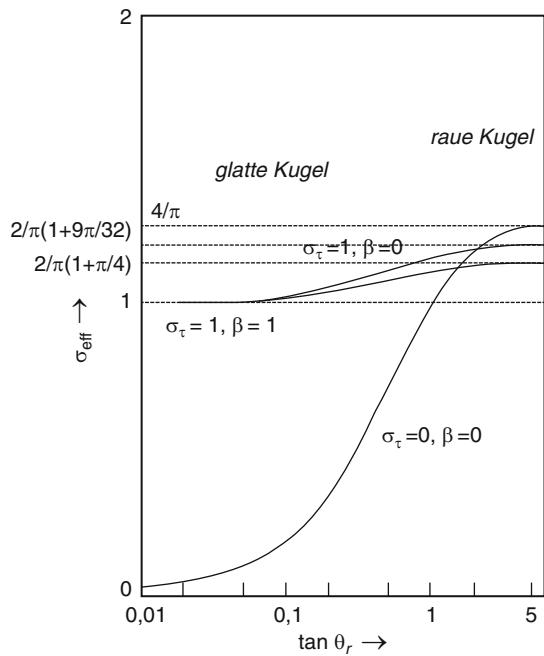


Abb. 24 Simulation der Rauigkeit der Rotoroberfläche nach Fremerey [28]. Um den Winkel θ_r geneigte Oberflächen werden in zur Bewegungsrichtung tangential und normal orientierte Flächenelemente zerlegt.

Abb. 25 Abhängigkeit des effektiven Akkommotionskoeffizienten σ_{eff} von $\tan \theta_r$ (Abb. 24), dem reinen tangentialen Impuls austauschkoeffizienten σ_t und dem Energie austauschkoeffizienten β nach Fremerey [28]



Es zeigt sich, dass $\sigma_{\text{eff}} > 1$ bei größeren Rauigkeiten, jedoch bleibt $\sigma_{\text{eff}} \leq 4/\pi = 1,273$. In der Tat wurden experimentell keine größeren Werte gefunden. Normale technische Oberflächen sind im Bereich $\sigma_t = 1,0, 0 \leq \beta \leq 1$ sehr saubere, polierte Oberflächen $\sigma_t \leq 1$. Experimentell werden in seltenen Fällen Werte $\sigma_{\text{eff}} < 1$ gefunden (Abb. 27).

In Gl. 17 muss also noch σ_t durch σ_{eff} ersetzt werden, um alle Einflüsse einzubeziehen. Wir können schreiben:

$$p = \frac{\pi \bar{c} r \rho}{10 \sigma_{\text{eff}}} \left(-\frac{\dot{\omega}}{\omega} - \text{RA}(\omega) - 2\alpha \frac{dT_{\text{rotor}}}{dt} \right) \quad (18)$$

Die mittlere Geschwindigkeit \bar{c} der Gasteilchen in einem reinen Gas hängt von $\sqrt{m_a}$ ab. In einem Gasgemisch von n Komponenten mit bekannten Volumenanteilen $\chi_i = V_i/V$ und $\sum_{i=1}^n \chi_i = 1$ lässt sich daher eine effektive Masse

$$m_{\text{eff}} = \left(\sum_{i=1}^n \chi_i (\sigma_{\text{eff}})_i \sqrt{m_i} \right)^2 \quad (19)$$

berechnen, die, eingesetzt in \bar{c} in Gl. 18, eine Totaldruckmessung von Gasgemischen ermöglicht.

3.3 Durchführung der Messung

Zur Messung des DCR-Signals könnte man naheliegenderweise die Umdrehungszahlen der Kugel in gleichen aufeinanderfolgenden Zeitintervallen messen. Weil die Nulldurchgänge (entweder von plus nach minus oder umgekehrt) des sinusartigen Signals in den Aufnehmerspulen gemessen werden, ist es messtechnisch günstiger, eine feste Umdrehungszahl N vorzugeben und die aufeinanderfolgenden Zeitintervalle τ_i , die während jeweils N Umdrehungen vergehen, zu messen.

Da die zeitliche Abnahme der Drehfrequenz sehr langsam erfolgt, können statt infinitesimaler Größen Differenzen in den Gleichungen verwendet werden. Es gilt [26]

$$-\frac{\dot{\omega}}{\omega} = \frac{\tau_j - \tau_i}{\tau_j \tau_i} \quad (20)$$

Wie τ_i bezeichnet τ_j ein Zeitintervall, in dem N Umdrehungen stattfinden, jedoch zu einem späteren Zeitpunkt als bei τ_i . Zur Erreichung einer möglichst kleinen Standardabweichung des Messsignals in kurzer Zeit hat sich die sogenannte akkumulative Multipériodenmittelung [26] bewährt. Dabei werden n Zeitintervalle τ_j gemittelt, um die Messwertestreuung um \sqrt{n} zu reduzieren.

Die vorzugebende Umdrehungszahl N ist dabei so zu wählen, dass bei höheren Drücken eine genügende Anzahl n -Intervalle gemessen werden kann und bei niedrigen Drücken die $\Delta\tau_i$ -Werte (Schwankungen von τ_i) im Verhältnis zu τ_i zur Verminderung der Messunsicherheiten genügend klein werden.

Die Zeitintervalle werden mit einer Quarzuhr (Frequenz etwa 10 MHz) gemessen. Ein im Betriebsgerät eingebauter Rechner bildet daraus die DCR-Werte und die Standardabweichungen des Einzel- und Mittelwerts und errechnet bei entsprechender Eingabe den Druck des Gases. Zur Druckberechnung müssen in das Betriebsgerät die Temperatur, das Molekulargewicht und σ_{eff} der betreffenden Gasart eingegeben werden, sowie die vorher bestimmte Restabbremsung (Offset) RA.

Die Restabbremsung muss bei einem Druck bestimmt werden, der unter der unteren Messgrenze des Gasreibungsvakuummeters liegt, also $< 0^{-6}$ Pa. Bei genauen Druckmessungen $< 10^{-3}$ Pa muss beachtet werden, dass die Restabbremsung von ω abhängt (siehe Abschn. 3.2), so dass auch die Abhängigkeit RA(ω) vor der Messung bestimmt werden muss. Bei einer Druckmessung muss dann auch berücksichtigt werden, bei welcher Frequenz die Messung stattfand. Abb. 26 zeigt eine Messung der Funktion RA(ω). Der Offset ändert sich zwischen 415 s^{-1} und 405 s^{-1} um etwa 10 %. Die Messung, die über 33 h dauerte, wurde durchgeführt, indem die Kugel angetrieben wurde und danach bis 405 s^{-1} frei ohne Wiederantrieb rotierte. Der erste Messpunkt bei $f = 415 \text{ s}^{-1}$ liegt deutlich unter den nächsten: Nach einem Wiederantrieb müssen einige Minuten verstreichen, um ein möglichst genaues Messsignal zu erhalten. Die Streuungen sind teils durch die Standardabweichung der Messwerte von einigen 10^{-10} s^{-1} , teils durch kleinere Temperaturschwankungen bedingt.

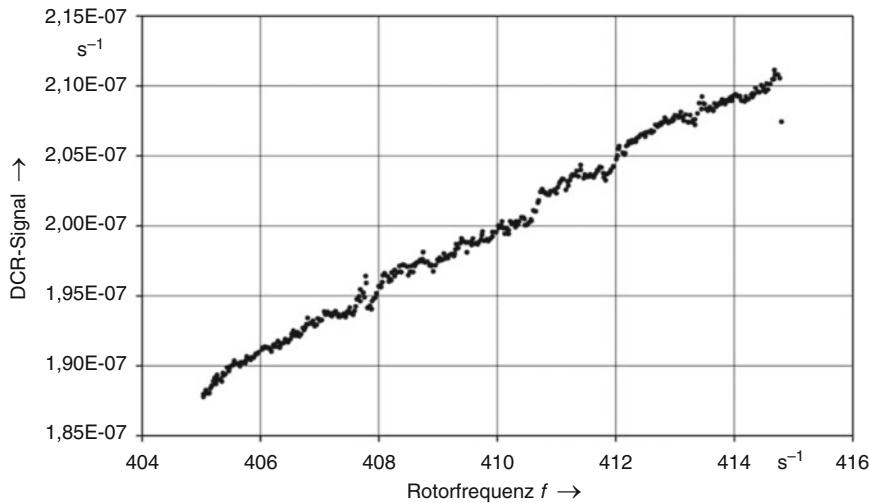


Abb. 26 Gemessene Abhangigkeit des DCR-Signals eines Gasreibungsvakuummeters von der Frequenz unter Druckbedingungen $p < 10^{-6}$ Pa: Restabbremsung $RA(\omega)$. Die Frequenz nahm unter UHV im Laufe von 33 h von 415 s^{-1} auf 405 s^{-1} ab

3.4 Erweiterung des Messbereichs zu hoheren Drucken

Bei Drucken $p > 1$ Pa sind die Voraussetzungen fur die Gultigkeit von Gl. 5 nicht mehr erfüllt, was in Abschn. 3.1 begrundet wurde, jedoch sind bei prazisen Messungen bereits bei etwa 0,1 Pa die Auswirkungen der Stoe der Gasteilchen untereinander zu sehen.

Bei Drucken $p > 1$ Pa wird das Gas zunehmend in eine Schichtstromung um die Kugel ubergehen, die letzten Stoe der Teilchen vor dem Sto auf die Kugeloberfache erfolgen in einer rotierenden Gasschicht und der bremsende Impulsubertrag und das Bremsmoment werden kleiner sein als man nach Gl. 5 bzw. Gl. 10 berechnet.

Bei noch hoheren Drucken, bei denen $\lambda \ll D = 7,5$ mm ist, wird gema Gl. 7 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ die Reibungskraft bei laminarer Stromung sogar unabhangig vom Druck. Die Stromung um die Kugel ist allerdings nicht laminar, was schon wegen der nicht gegebenen Rotationssymmetrie der Fall sein muss (die Kugel hat in Langsrichtung des Rohres einen wesentlich groeren Abstand zur Wand als senkrecht dazu.). Dadurch ergibt sich auch bei hoheren Drucken eine leichte Abhangigkeit von $-\dot{\omega}/\omega$ vom Druck, die fur Messungen genutzt werden kann [29], wenn zusatzliche Konstanten, die von der speziellen Geometrie des Systems (Kugeldurchmesser, Rohrdurchmesser) abhangen, bercksichtigt werden [30]. Bei hoheren Drucken muss jedoch die Kugel standig angetrieben werden, so dass sich Kugel, Finger, Gas und Messkopf betrachtlich erwarmen und Messungen mit ausreichender Genauigkeit nur moglich sind, wenn die Temperatur gemessen wird und das Messergebnis entsprechend temperaturkorrigiert wird [29, 30]. Aufgrund dieser Probleme wird das Gasreibungsvakuummeter in der Regel

nur bis etwa 1 Pa zur Druckmessung verwendet, weil bei höheren Drücken andere, einfachere oder genauere messende Messgeräte zur Verfügung stehen.

3.5 Messunsicherheit

Weil das Gasreibungsvakuummeter hauptsächlich als Referenznormal bzw. für genaue Druckmessungen eingesetzt wird (siehe ► Abschn. 2.2 in Kap. 29, „Kalibrierungen von Vakuummessgeräten“), seien hier die Beiträge zur Messunsicherheit nochmal gesondert aufgelistet. Zur Messunsicherheit können beitragen:

Kugelradius r und Kugeldichte ρ : Sie können so präzise gemessen werden, dass die diesbezügliche Messunsicherheit gegenüber allen anderen Unsicherheiten vernachlässigt werden kann. In der Regel verzichtet man jedoch auf eine Messung und verwendet die vom Hersteller angegebenen Nominal- bzw. Mittelwerte. Die tatsächlichen Werte streuen dann um diese Mittelwerte mit etwa 0,12 %. Wenn allerdings der effektive Akkommakationskoeffizient σ_{eff} der Kugel durch eine Kalibrierung bestimmt wird, so sind die bei dieser Kalibrierung verwendeten Werte für r und ρ einzusetzen. Abweichungen von Nominalwerten können so in σ_{eff} einkalibriert werden.

Effektiver Akkommakationskoeffizient σ_{eff} : Bei nicht kalibrierten, glatt aussehenden Kugellagerkugeln muss mit einer erheblichen Bandbreite gerechnet werden. Dittmann et al. erhielten bei 68 Stahlkugeln, deren Legierung nicht bekannt war, Werte für σ_{eff} zwischen 0,97 und 1,06 [31] (Abb. 27). Zusätzlich muss bei nicht kalibrierten Kugeln die Gasartabhängigkeit von σ_{eff} berücksichtigt werden. Die relativen Unterschiede zwischen verschiedenen Gasen (z. B. Wasserstoff und Argon) können 3 % betragen. Die Unsicherheit des Kalibrierwerts σ_{eff} beträgt dagegen nur etwa 0,3 %. Damit der Kalibrierwert erhalten bleibt, ist bei Transporten

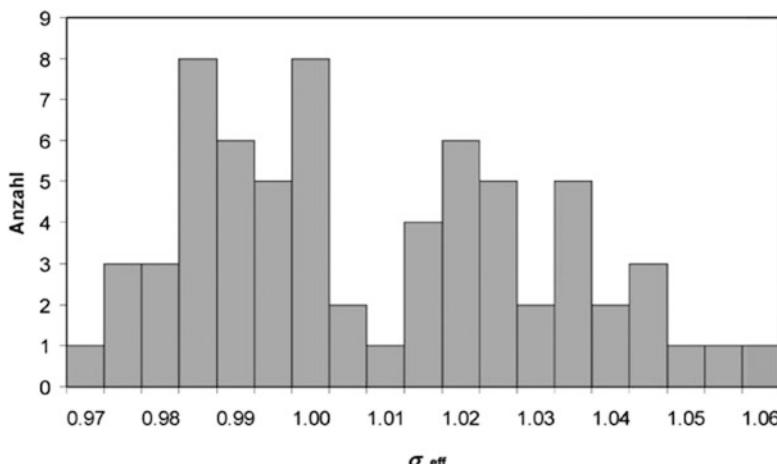


Abb. 27 Die histogrammatische Verteilung des effektiven Akkommakationskoeffizienten von 67 glatten Rotorkugeln (Stahl) auf verschiedene Werte in einem Band von je 0,005. Aus Dittmann et al. [31]

zu vermeiden, dass die Kugel sich hin und her bewegt und Rost ansetzt. Am besten wird sie fixiert unter Vakuum transportiert [32]. Die Langzeitstabilität über eine Einjahresperiode liegt bei optimaler Lagerung und Transport im Allgemeinen bei 0,3 % bis 0,5 %, jedoch können durchaus Sprünge um 1 % auftreten.

DCR-Wert: Obwohl für Gl. 20 genähert wurde, sind die Unsicherheiten durch die Vernachlässigung höherer Glieder zu vernachlässigen. Die Messwertestreuung ist wesentlich größer und beträgt etwa 0,1 %-1 % bei der Offsetmessung und 0,01 % bei 10^{-2} Pa.

Restabbremsung RA: Die Messung der Restabbremsung oder des Offsets kann durch eine Temperaturänderung des Rotors verfälscht werden (siehe Gl. 16). Deswegen ist darauf zu achten, dass stabile Temperaturverhältnisse herrschen, insbesondere das Gasreibungsvakuummeter eingelaufen ist (etwa 6 h). Wenn die Frequenzabhängigkeit der Restabbremsung nicht gemessen wird, kann deren Wert um 10 % gegenüber der Messung verändert sein (Abb. 26). Bei Berücksichtigung derselben beträgt die relative Unsicherheit von RA, je nach dem speziellen Fall, 0,1 % bis 1 %.

4 Direkte elektrische Druckmessumformer

Erwähnt werden sollen noch verschiedene Effekte, die zur Messung von Drücken, auch im Vakuum, verwendet werden können, jedoch bisher keine große Bedeutung erlangten. Dazu sind zu zählen: die druckabhängige Eigenfrequenzänderung von Schwingquarzen [33, 34], druckempfindliche Transistoren, druckempfindliche Tuneldioden, druckempfindliche Photowiderstände und die Druckabhängigkeit des Widerstands dünner weichmagnetischer Schichten [4].

5 Wärmeleitungsvakuummeter

5.1 Prinzip

Wärmeleitungsvakuummeter sind Druckmessgeräte für das Fein- und Grobvakuum, bei denen der druckabhängige Wärmeverlust (Energieverlust) von einem erhitzten Element, meist einem Draht, durch das Gas gemessen wird.

Das Messprinzip beruht auf einer Veröffentlichung von *Pirani* [35] im Jahr 1906: Der erhitzte Draht ist Teil einer Wheatstone'schen Brücke, die sowohl den Draht mit der nötigen elektrischen Energie versorgt, als auch dessen Widerstand oder die von ihm abgeführte Leistung misst. Es ist, besonders im englischsprachigen Raum, üblich geworden, Wärmeleitungsvakuummeter, die auf einer Wheatstone'schen Brücke beruhen, kurz als *Pirani* (*Pirani gauge*) zu bezeichnen.

Es gibt mehrere unterschiedliche Betriebsweisen für Wärmeleitungsvakuummeter (*Piranis*): Wärmeleitungsvakuummeter, bei denen die Drahttemperatur konstant gehalten wird und die dazu nötige Heizleistung in Abhängigkeit vom Druck gemessen wird, sind die genauesten und besitzen den größten linearen Messbereich

(0,1 Pa–10 kPa), sind aber auch messtechnisch die aufwändigsten. Alternativ kann die Heizspannung oder der Heizstrom konstant gehalten werden und der Ausgleichstrom in der Brücke als Maß für den Druck dienen.

Auch Schaltungen, bei denen die Heizleistung konstant gehalten wird und die sich abhängig vom Gasdruck einstellende Temperatur gemessen wird, sind möglich. In der Regel geschieht diese Temperaturmessung mit einem Thermoelement, der Messbereich beträgt hier jedoch nur etwa 0,1 Pa–1 kPa. Einfache und billigere Versionen verzichten auf die Verwendung einer Wheatstone'schen Brücke und verwenden ein einfaches Thermoelement zur Messung des Stroms, der aufgrund der Kontaktspannung des Thermoelementspaares fließt, wenn der Heizdraht mit konstantem Strom versorgt wird. Ihr Messbereich reicht von 0,1 Pa bis 100 Pa.

Der prinzipielle Aufbau eines Wärmeleitungsvakuummeters (vgl. Abb. 28) besteht meist aus einem Draht D mit dem Durchmesser 5 µm–20 µm und der Länge 50 mm–100 mm, der in einem zylindrischen Rohr vom Durchmesser 10 mm–30 mm axial ausgespannt ist. Heizt man diesen Draht elektrisch, so stellt sich eine Gleichgewichtstemperatur T_1 ein, bei der die zugeführte elektrische Leistung $\dot{Q} = IU$ gleich der abgeführten Wärmeleistung ist. Die letztere setzt sich aus vier Anteilen zusammen (Abb. 29):

Abb. 28 Prinzipieller Aufbau eines Wärmeleitungsvakuummeters

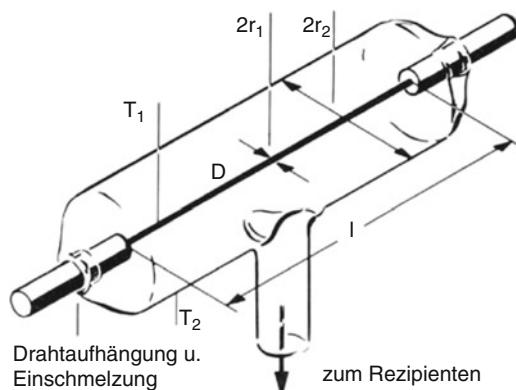
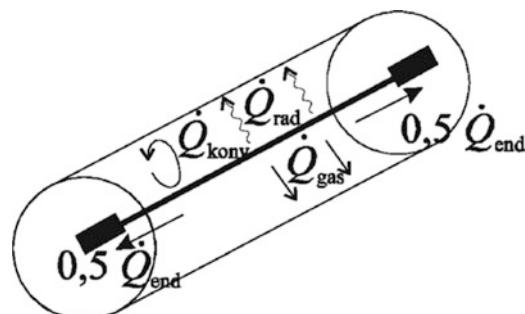


Abb. 29 Die Wärmeströme vom Heizdraht in einem Wärmeleitungsvakuummeter: durch das Gas \dot{Q}_{gas} , durch Strahlung \dot{Q}_{rad} , durch Konvektion \dot{Q}_{konv} und durch Wärmeleitung \dot{Q}_{end}



1. Wärmeleitung \dot{Q}_{Gas} durch das Gas zwischen dem erwärmten Draht ($T_1 \asymp 400$ K) und der auf Raumtemperatur befindlichen Wand ($T_2 \asymp 300$ K). Nach Gl. 37 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ ist die Energiestromstärke oder die abgeführte Wärmeleistung im molekularen Strömungsgebiet proportional p . Im viskosen Strömungsbereich ist \dot{Q}_{Gas} unabhängig vom Druck (siehe Gl. 38 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ und Gl. 84 in ► Kap. 9, „Grundlagen der exakten Berechnung von stationären Flüssen verdünnter Gase“). Im Übergangsbereich lässt sich die Druckabhängigkeit von \dot{Q}_{Gas} gut durch eine Funktion der Form $p/(1 + gp)$ (g : Konstante) beschreiben, so dass

$$\dot{Q}_{\text{Gas}} = \frac{p}{1 + gp} \quad (21)$$

In der Konstante ε (Empfindlichkeit) sind Eigenschaften des Gases wie C_{molar} , \bar{c} (vgl. Gl. 37 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“) enthalten, der Energie-Akkommodationsfaktor des Gases auf dem geheizten Element, g ist ein die Geometrie (sowie M_i) enthaltender Faktor (Gl. 38 in ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“).

2. Wärmeableitung \dot{Q}_{end} an den Drahtenden über die Drahthalterung und
3. Wärmestrahlung \dot{Q}_{rad} des gegenüber der Umgebung wärmeren Drahts,
4. Wärmeleitung \dot{Q}_{konv} durch Konvektion bei Drücken > 1 kPa.

\dot{Q}_{end} und \dot{Q}_{rad} sind Störeffekte, die einen Gasdruck p_0 vortäuschen, auch wenn gar kein Gas in der Messzelle vorhanden ist, d. h. der Messdruck den Wert Null hat. Wir setzen

$$\dot{Q}_{\text{end}} + \dot{Q}_{\text{rad}} = p_0 \quad (22)$$

und definieren damit den Nulldruck. Die funktionale Abhängigkeit der Strahlungsverluste hängt von der Emissivität und der Geometrie der Oberfläche sowie der Temperaturverteilung auf dem Draht ab. Dadurch ist einerseits eine Berechnung schwierig, andererseits kann sich εp_0 von Tag zu Tag, aber auch im Laufe einer Messung ändern. Zur Vereinfachung nimmt man trotzdem an (unter anderem daraus resultiert die Messunsicherheit), dass, wenn die Drahttemperatur T_1 und die Umgebungstemperatur T_2 konstant gehalten werden, auch \dot{Q}_{end} und \dot{Q}_{rad} , also auch p_0 , konstant bleiben. Bei nicht allzu großen Drücken, bei denen die Konvektion keine Rolle spielt, verlangt dann die Leistungsbilanz am Draht D

$$\dot{Q}_{\text{el}} = \dot{Q}_{\text{end}} + \dot{Q}_{\text{rad}} + \dot{Q}_{\text{gas}} \quad (23)$$

oder mit den Gl. 21 und 22

$$\dot{Q}_{\text{el}} = UI = \frac{U^2}{R} = \left(p_0 + \frac{p}{1 + gp} \right) \quad (24)$$

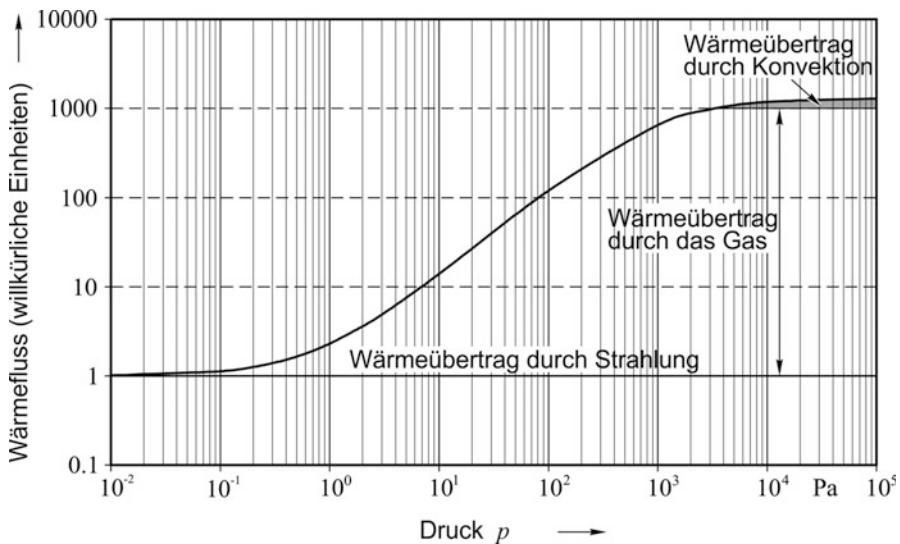


Abb. 30 Schematische Abhängigkeit des Wärmeübertrags (Wärmeffusses) in einem Wärmeleitungsvakuummeter vom Druck

Misst man also die dem Draht einer Messzelle (Widerstand R) nach Abb. 28 elektrisch zugeführte Wärmeleistung \dot{Q}_{el} oder eine mit ihr zusammenhängende Größe in Abhängigkeit vom Druck p , so wird man bei mittleren Drücken, bei denen $\dot{Q}_{Gas} \propto p$, ein linear proportionales Signal erhalten (Abb. 30). Bei größeren Drücken, bei denen die Wärmeleitfähigkeit \dot{Q}_{Gas} vom Druck unabhängig ist, wächst der Wärmeübertrag nur noch aufgrund der Konvektion. Bei niedrigeren Drücken dominiert die ebenfalls druckunabhängige Wärmestrahlung, so dass das gemessene Signal in einen konstanten Offset übergeht (Abb. 30).

Ein Messbeispiel ist in Abb. 31 dargestellt. Mit einem Wolframdraht der Länge $l = 60$ mm und des Durchmessers $7,7$ µm wurden bei einer Temperaturdifferenz $\Delta T = T_1 - T_2 = 100$ K für verschiedene Gase die Heizleistungen \dot{Q}_{el} in Abhängigkeit vom Druck p gemessen. Man erkennt aus Abb. 31, dass die Empfindlichkeit dieses Vakuummeters, die durch die Lage der Kurven (gestrichelte Linien) gekennzeichnet ist, von der Gasart abhängt und dass der Nulldruck p_0 (am Schnittpunkt zwischen der gestrichelten Geraden und der asymptotischen Horizontalen) je nach Gasart zwischen $0,9$ Pa und $2,2$ Pa liegt. Der Wert von p_0 ist bei $\Delta T = 100$ K nur wenig von der Temperatur T_1 abhängig, er ändert sich aber mit dem Gesamtemissionsgrad der Oberfläche des Drahts. Bei den Messungen nach Abb. 31 betrug der Strahlungsanteil 10% der Null-Leistung.

Der Nulldruck bestimmt die untere Grenze des Messbereichs eines Wärmeleitungsvakuummeters, die obere Grenze p_{max} liegt für ein Gas mit großer relativer Molekülmasse M_r , z. B. UF_6 , bei etwa 1 kPa, für Wasserstoff dagegen mit $M_r = 2$ bei etwa 50 kPa; man beachte, dass bei UF_6 (großes M_r) der lineare Bereich $\dot{Q}_{el} \propto p$

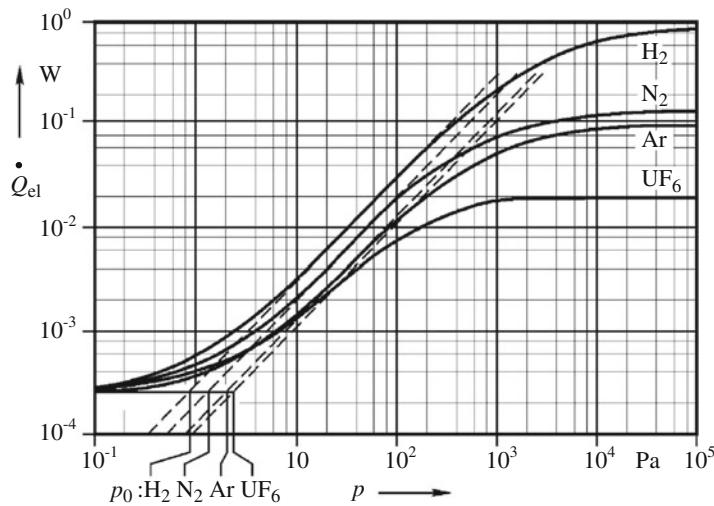


Abb. 31 Elektrische Heizleistung \dot{Q}_{el} zur Aufrechterhaltung konstanter Heizfadentemperatur T_1 ($\Delta T = T_1 - T_2$) als Funktion des Gasdrucks p für verschiedene Gase. Die gestrichelten Geraden veranschaulichen den linearen Bereich der Wärmeleitung, ($g p = 1$)

Tab. 2 Empfindlichkeit ε , untere Grenze (Nulldruck p_0) und obere Grenze p_{\max} des Messbereichs handelsüblicher Wärmeleitungsvakuummeter

Gas	ε W/Pa	p_0 Pa	p_{\max} kPa
H_2	$2,9 \cdot 10^{-4}$	0,9	50
N_2	$1,9 \cdot 10^{-4}$	1,37	20
Ar	$1,3 \cdot 10^{-4}$	2,16	15
UF_6	$1,1 \cdot 10^{-4}$	2,2	1

gar nicht mehr erreicht wird. Tab. 2 enthält Angaben über die Empfindlichkeit ε sowie die untere und obere Messbereichsgrenze handelsüblicher Wärmeleitungsvakuummeter. Durch Ausnutzen der geringen Wärmeableitung durch Konvektion kann der Messbereich auch für schwere Gase bis 100 kPa ausgedehnt werden.

5.2 Wärmeleitungsvakuummeter mit konstanter Drahttemperatur

Als Messdraht wird hierbei ein feiner Draht aus Wolfram oder Nickel mit einem Durchmesser von 7 µm–10 µm verwendet. Um ihn weniger bruchempfindlich durch Vibrationen zu machen, wird er gewendet. Dieser Draht ist, wie aus Abb. 32 zu erkennen, ein Zweig R_D einer Wheatstone’schen Brücke, bestehend aus den Widerständen $R_2 \asymp R_3 \asymp R_4 \asymp R_D$ und dem Temperaturkompensationswiderstand R_T .

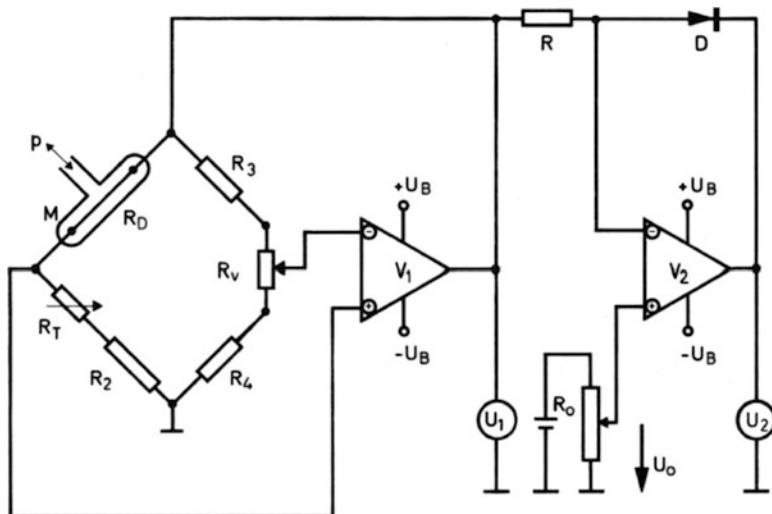


Abb. 32 Elektrische Schaltung für ein Wärmeleitungsvakuummeter mit konstanter Drahttemperatur. M: Messzelle, R_D : Widerstand des Messdrahts

Die an der Brücke liegende Spannung U_1 wird über einen Verstärker V_1 so geregelt, dass der Widerstand des Messdrahts und damit seine Temperatur unabhängig vom Wärmestrom, also vom Druck, ist. Die Brücke ist in diesem Fall immer abgeglichen.

Da es jedoch elektronisch aufwändig ist, die im Heizfaden umgesetzte Heizleistung \dot{Q}_{el} bzw. das Quadrat der Heizspannung anzuzeigen, beschränkt man sich im Allgemeinen darauf, die Brücke nicht voll abzugleichen, sondern die an der Brücke anliegende Spannung U_1 auf einem entsprechend kalibrierten Voltmeter anzuzeigen. Der Zusammenhang zwischen der angezeigten Spannung U_1 und dem Druck p ist in diesem Fall (Gl. 24) ungefähr gegeben durch

$$U_1 = 2 \sqrt{R_D \left(p_0 + \frac{p}{1 + gp} \right)} \quad (25)$$

Man erhält also eine nicht lineare Skala, deren Nulldruck bei etwa 1 Pa liegt, so dass der Druckbereich 0,1 Pa–1 Pa nicht mehr gemessen werden kann. In einer aufwändigeren Schaltung (rechter Teil in Abb. 32) kann der Nulldruck durch eine Spannung U_0 an dem Potenziometer R_0 kompensiert werden. Logarithmiert man dann mit Hilfe einer Diode D die Spannung $U_1 - U_0$, so erhält man eine Skala gemäß Abb. 33. Solche analogen Skalen sind heute zwar durch digitale ersetzt, Abb. 33 zeigt jedoch anschaulich auf einen Blick die Signalempfindlichkeit eines Wärmeleitungsvakuumeters vom Druck.

Die digitalen Anzeigen basieren heute oft auf einer Kennlinie, in der die Änderung von einem Volt einer Druckänderung um eine Dekade entspricht (z. B. entsprechen 1 V–9 V einem Druckbereich 10^{-3} Pa– 10^5 Pa.). Dies darf jedoch nicht



Abb. 33 Analoge Skala eines älteren Wärmeleitungsvakuummeters mit konstanter Drahttemperatur und Nulldruck-Kompensation zur Veranschaulichung der Druckabhängigkeit der Signalempfindlichkeit. Heute sind die analogen Skalen durch digitale ersetzt.

darüber hinweg täuschen, dass wegen der Flachheit der Kennlinie an den Messbereichsenden die Messunsicherheit sehr groß ist. Die analoge Spannung kann bei aktiven Wärmeleitungsvakuummetern auch direkt mit einem Voltmeter angezeigt und anschließend in einen Druck umgerechnet werden.

In einem neuen Typ eines vollständig ausheizbaren Pirani-Sensor (Firma VACOM) wird der bisher verwendete analog-elektronische Regelkreis der Wheatstone Brücke im Mikrocontroller als erweiterbarer Programmcode abgebildet. Die temperaturempfindliche Elektronik wird durch Anwendung des Prinzips der 4-Leiter-Messung vom Sensorkopf bspw. durch ein Kabel separiert und die Regelung erfolgt aus der Ferne. Daher wird keine Elektronik direkt auf dem Sensorkopf benötigt und die Sensoren können bis 200 °C ausgeheizt werden.

Die Empfindlichkeit ε (Gl. 25) ist bei einer Gastemperatur um 300 K und einer Drahttemperatur > 400 K nicht mehr signifikant von der Gastemperatur abhängig. Da jedoch die Empfindlichkeit ε und der Nulldruck p_0 von Messsystem zu Messsystem etwas unterschiedlich sein können, wird oft die Möglichkeit eines Abgleichs gegeben. Dieser Abgleich geschieht in folgender Weise:

Bei Atmosphärendruck wird die Soll-Temperatur des Heizfadens und damit die Empfindlichkeit ε über das Potenziometer R_V (Abb. 32) so eingestellt, dass das Anzeigegerät 100 kPa anzeigt. Anschließend wird die Messröhre auf einen Druck ausgpumpt, der klein gegen den kleinsten nachweisbaren Druck ist, in diesem Falle etwa 0,01 Pa. Dann wird die Kompensationsspannung U_0 an R_0 so eingestellt, dass das Anzeigegerät U_2 Null anzeigt. Sind die Abgleichpotenziometer R_V und R_0 zusammen mit den anderen Widerständen der Wheatstone'schen Brücke und dem Temperaturkompensationswiderstand R_T im Kopf der Messröhre eingebaut, wie es in Abb. 34 dargestellt ist, dann kann die Messröhre vor der Auslieferung so abgeglichen werden, dass sie an alle Messgeräte ohne individuellen Abgleich angeschlossen werden kann.

Dieser Abgleich bleibt im Allgemeinen erhalten, es sei denn, am Heizfaden treten irreversible Änderungen auf. Hier besteht die Möglichkeit, dass die Schwärzung des Heizfadens durch Ablagerung von Verunreinigungen zunimmt. Eine solche Zunahme hat zur Folge, dass der Nulldruck steigt und das Gerät im unteren Mess-

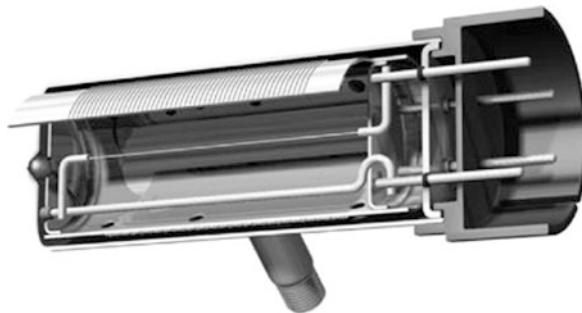


Abb. 34 Aufgeschnittene Messröhre eines Wärmeleitungsvakuummeters (konstante Drahttemperatur) mit goldbeschichtetem Wolfram-Heizdraht und einem Messbereich von 0,1 Pa bis 100 kPa. Die umgebende Zylinderummantelung (siehe Heizdrähte) ist auf eine Temperatur von etwa 40 °C stabilisiert, um die Messgenauigkeit zu erhöhen. Bei hohen Drücken wird die Wärmeableitung durch Konvektion (Abb. 31) als Messsignal genutzt. Mit freundlicher Genehmigung von Granville-Phillips/VACOM GmbH

bereich immer einen zu hohen Druck anzeigt, der Nullpunkt also nicht erreichbar ist. Diese Abweichung kann durch nachträglichen Abgleich mit Hilfe der Spannung U_0 in weiten Grenzen ohne erheblichen Einfluss auf die Messgenauigkeit kompensiert werden.

Um Änderungen am Heizfaden unwahrscheinlicher zu machen, ist der Wolframdraht des in Abb. 34 dargestellten Wärmeleitungsvakuummeters goldbeschichtet.

Eine Nullpunkt kompensation ist auch möglich, wenn der Widerstand R_3 (Abb. 32) durch ein gleichartiges druck/vakuumfest gekapseltes Heizdrahtelement (Kompensationselement) wie die Messdrahtzelle realisiert wird. Sind diese beiden Zellen thermisch kurzgeschlossen, so werden sich Temperaturänderungen in beiden Zweigen der Brücke in gleicher Stärke auswirken: Die Brücke bleibt abgeglichen, – allerdings nur bei einem festen Druck, nämlich dem Kapseldruck des Kompensationselements, da die Temperaturänderung des Heizdrahtes ja vom Umgebungsdruck abhängt. Deswegen ist es sinnvoller, die Kompensation mit variablen Widerständen zu realisieren.

Hochwertige Wärmeleitungsvakuummeter mit konstanter Drahttemperatur haben gegenüber den einfacheren Arten (siehe folgende Abschnitte) neben dem größeren Messbereich den Vorteil, dass sie schneller auf Druckänderungen reagieren, weil ihre Bestandteile nicht die Temperatur ändern und so keine thermischen Relaxationszeiten den Erhalt des Messsignals verzögern.

Neuere, mit Mikrostrukturtechnik hergestellte Wärmeleitungsvakuummeter benutzen statt eines heißen Drahtes ein 1 mm^2 großes, heißes Plättchen aus Silizium, von dem die Wärmeableitung gemessen wird (Abb. 35). Zwei mäanderförmig aufgedampfte Widerstands „drähte“ werden sowohl für die Heizung des Plättchens als auch für dessen Temperaturmessung benutzt. Die Wärmeableitung erfolgt in diesem Fall am ganzen Rand des Plättchens. Auch hier wird das Sensorplättchen so geschaltet (Abb. 35 b), dass eine konstante Temperaturdifferenz zwischen Plättchen und umgebender Hülle eingestellt wird. Zwei im umgebenden Substrat angebrachte Temperatursensoren sorgen für eine Temperaturkompensation bei Umgebungstemperaturänderungen.

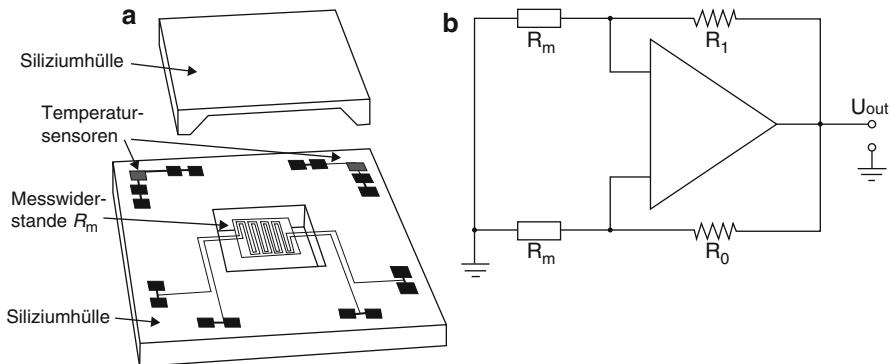


Abb. 35 a Schema des mit Mikrostrukturtechnik hergestellten Sensors des MicroPiraniTM. Das $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ große Plättchen wird auf etwa 60°C geheizt. Mit freundlicher Genehmigung der MKS Instruments, Dänemark. b Elektrisches Schaltdiagramm des MicroPiraniTM. $R_0 \approx R_m$

Durch die sehr kleine Geometrie hat ein mikrostrukturiertes Wärmeleitungsvakuummeter den Vorteil, dass sich keine Konvektion ausbilden kann, so dass seine Anzeige lageunabhängig ist. Aufgrund der stabilen Geometrie kann es auch in beschleunigten Systemen Einsatz finden. Die niedrige Betriebstemperatur von etwa 60°C des Plättchens reduziert sowohl die Wärmestrahlung als auch die Wärmeableitung, so dass die untere Messbereichsgrenze p_0 (Gl. 22) gegenüber einem Wärmeleitungsvakuummeter mit makroskopischem Draht kleiner gemacht werden kann.

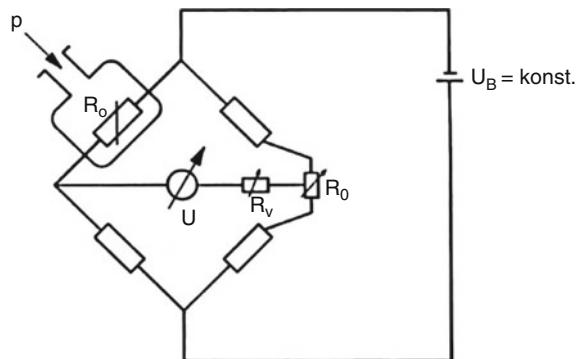
Um den Nullpunkt p_0 abzusenken, wurde jüngst vorgeschlagen [36, 37], die Heizung des Drahtes von der Messung abzukoppeln, indem die beiden Enden des Drahtes auf konstanter Temperatur gehalten werden. Der Wärmeverlust durch Wärmeleitung wird dadurch kompensiert und nur der Wärmeverlust durch das Gas und durch Strahlung im Messkreis gemessen.

5.3 Wärmeleitungsvakuummeter mit konstanter Heizung

Neben der in Abschn. 5.2 beschriebenen Betriebsweise eines Wärmeleitungsvakuumeters mit konstanter Drahttemperatur kann man den Heizdraht auch mit konstanter Heizspannung (oder konstantem Heizstrom) betreiben und den Widerstand des Heizdrahts als Maß für dessen Temperatur in Abhängigkeit vom Druck messen.

Bei dem von Pirani angegebenen [35], heute aber veraltetem, Prinzip bildet der Heizdraht einen Zweig einer mit konstanter Spannung (U_B) betriebenen Wheatstone'schen Brücke. Ändert der Heizdraht infolge Druckänderung seine Temperatur, so ändert sich auch sein Widerstand R_D . Diese Widerstandsänderung hat eine Verstimming der Brücke zur Folge, die auf dem Anzeigegerät in der Brückendiagonale als Spannung U bzw. bei entsprechender Kalibrierung des Anzeigegeräts als Druck p angezeigt wird (Abb. 36). Dabei muss der Messdraht aus einem Material hergestellt sein, dessen Widerstand einen möglichst großen Temperaturkoeffizienten

Abb. 36 Elektrische Schaltung für ein Wärmevakuummeter mit konstanter Speisespannung und veränderlicher Drahttemperatur. Messzelle links oben, R_D = Widerstand des Messdrahts



hat. Diese Bedingung ist im Allgemeinen bei Verwendung reiner Metalle oder von Halbleiterwiderständen (Thermistoren mit positiven oder negativen Temperaturkoeffizienten) erfüllt.

Ähnlich wie bei dem in Abschn. 5.2 beschriebenen Prinzip lässt sich auch hier die Abhängigkeit der Anzeige vom Druck herleiten. Unter Vernachlässigung von Größen zweiter Ordnung ergibt sich die Gleichung

$$U = AU_B \frac{p}{1 + Bd/l} \approx \frac{AU_B}{Bd/l} p = \varepsilon p \quad (26)$$

worin A und B Konstanten sind. Der entscheidende Parameter für den Messbereich solcher Wärmeleitungsvakuummeter ist das Verhältnis von Drahtdurchmesser d zu Drahtlänge l .

Die obere Grenze des Messbereichs derartiger Geräte ist dann erreicht, wenn die Drahttemperatur T_1 nur noch wenig höher ist als die Umgebungstemperatur T_2 . Da der Ausgleichsstrom in der Brückendiagonale proportional der Temperaturdifferenz $T_1 - T_2$ ist und diese bei zunehmendem Druck stetig abnimmt, nimmt auch die Empfindlichkeit ε mit zunehmendem Druck ab und die Anzeige wird nicht linear. Der lineare Bereich ist beim Pirani mit konstanter Heizleistung kleiner als beim Wärmeleitungsvakuummeter mit konstanter Temperatur. Die untere Grenze des Messbereichs ist im Allgemeinen ein Tausendstel des höchsten messbaren Drucks.

Verwendet man einen dünnen langen Draht, so wird der Faktor d/l im Nenner von Gl. 26 klein und damit die Empfindlichkeit ε groß, jedoch ist der größte messbare Druck nicht besonders hoch. Verwendet man dagegen einen kurzen Draht mit größerem Querschnitt, so verschiebt sich der Messbereich nach höheren Drücken. Da es die Verbesserungen in der Elektronik möglich gemacht haben, auch kleine Ströme preisgünstig zu messen, ist die Verminderung der Empfindlichkeit bei kleinen d/l -Werten nicht wesentlich und man entscheidet sich in der Regel für den größeren linearen Messbereich [38].

Die Messunsicherheit eines Pirani wird erheblich durch mögliche Temperaturänderungen des Gases bzw. der Umgebungstemperatur beeinflusst. Dieser Einfluss wird besonders bei Piranis mit konstanter Heizleistung mit zunehmendem Druck

größer, weil die Temperaturdifferenz zwischen Draht und Umgebung abnimmt. Bei einer Drahttemperatur von 400 K (bei $p = 0$) und einem Messdruck von 100 Pa verursacht eine Temperaturänderung von 1 K einen Messabweichung von etwa 10 Pa, bei 600 K Drahttemperatur immerhin noch von 1 Pa bis 5 Pa [38]. Das Nullpunktsignal verändert sich bei einer Änderung der Umgebungstemperatur um 1 K um etwa 0,1 Pa. Dieselbe Änderung geschieht auch, wenn sich die an der Brücke anliegende Spannung um 0,1 % ändert.

5.4 Gepulste Wärmeleitungsvakuummeter

Bei hohen Drücken wird die Wärmeleitung durch das Gas druckunabhängig und die Anzeige eines Wärmeleitungs vakuummeters ungenau. Um die Anzeige in diesem Bereich zu verbessern, kann, wie bereits beschrieben, die Konvektion ausgenutzt werden, aber auch die Wärmekapazität des Gases. Diese sättigt nicht, sondern ist proportional zum Druck. Wenn man somit die Heizleistung und Temperatur des Drahtes in diesem Druckbereich pulst, wird dessen Aufheizung und Abkühlung aufgrund der zusätzlichen Wärmekapazität des ihn umgebenden Gases langsamer ablaufen, wenn der Druck zunimmt [39] (Abb. 37). Je höher der Druck, desto größer wird die Wärmekapazität des Gases im Vergleich zur Wärmekapazität des Drahtes. Aufgrund der begrenzten und druckunabhängigen Wärmeleitung des Gases ist allerdings mit einer gewissen Verzögerung des Einflusses der Wärmekapazität zu rechnen. Bei schnellen Änderungen ist die aufgewärmte Gasmenge um den Draht so klein, dass die Wärmekapazität des Drahtes dominiert. Erst wenn nach einiger Zeit eine hinreichende Gasmenge erwärmt ist, hat die Wärmekapazität eine signifikanten Einfluss auf das zeitliche Temperaturverhalten des Drahtes.

Bei kleineren Drücken dreht sich das Zeitverhalten wieder um: Da sich nun die Wärmeleitung mit kleinerem Druck reduziert, wird das Abkühlverhalten des Drahtes mit kleiner werdendem Druck wieder langsamer, das Aufheizen erfolgt schneller.

Abb. 37 Abkühlverhalten eines ursprünglich bei $t = 0$ s auf 110 °C geheizten Drahtes in Abhängigkeit von verschiedenen Drücken (Luft). Daten aus [40]

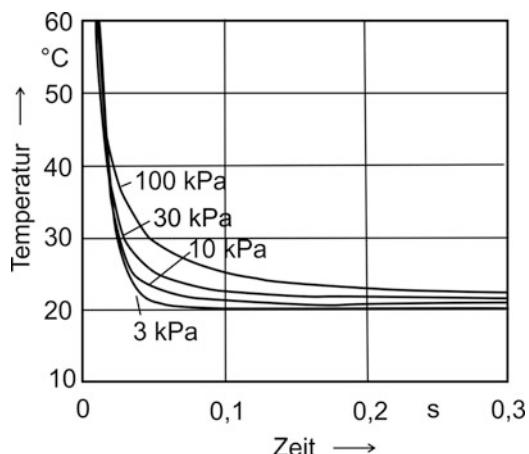
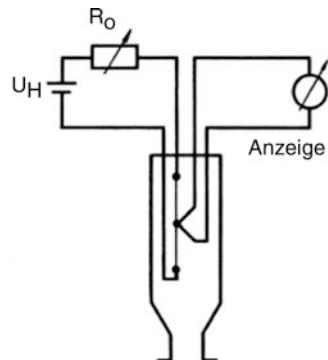


Abb. 38 Schema eines Wärmeleitungsvakuummeters mit Thermoelement



Der Umkehrpunkt zwischen den zwei Verhalten liegt, je nach Gasart, bei einigen mbar bei einigen 10 mbar, für Luft bei etwa 30 mbar [40].

In Wärmeleitungsvakuummeter dieser Bauart [41] werden die Brückenschaltungen durch Mikrocontroller ersetzt, die eine Komparatorschaltung mit einer Impulszeitfassung durch einen Zeit-Digital-Wandler (TDC) kombinieren. Die Pulszeiten erreichen von wenigen ms im Hochvakuum bis über 100 ms nahe Atmosphärendruck.

5.5 Thermoelementvakuummeter (Thermocouple)

Die Temperatur des Heizdrahts kann auch direkt mit einem Thermoelement gemessen werden, wie es Abb. 38 zeigt. Am Heizdraht wird ein Thermoelement angebracht, dessen Thermospannung angezeigt wird. Das Thermoelement, z. B. Chromel/Alumel, wird entweder an den Heizdraht punktgeschweißt oder mit Silberlot angelötet. Typischerweise wird ein konstanter Strom von 150 mA durch den Heizdraht geschickt. Weil dieser wesentlich kürzer als bei einem aufwändigen Pirani ist, ist die Empfindlichkeit bei niedrigen Drücken geringer. Typischerweise liegt der Messbereich bei 0,1 Pa bis einige 100 Pa. Der Abgleich erfolgt hier in der Weise, dass über einen regelbaren Vorwiderstand die Heizdrahttemperatur bei niedrigem Druck so eingestellt wird, dass das Anzeigegerät Vollausschlag (das größte Spannungssignal) erreicht. Ein Abgleich bei Atmosphärendruck ist oft nicht notwendig, weil der Heizdraht bei Atmosphärendruck nur wenig wärmer als die Umgebungstemperatur ist. Auch hier kann es notwendig werden, Änderungen der Oberflächenbeschaffenheit des Heizdrahts durch Nachstellen des Abgleichpotentiometers zu kompensieren. Für den Messbereich und dessen Abhängigkeit von Drahtdurchmesser und Drahtlänge gilt das Gleiche wie oben.

5.6 Thermistoren

Thermistoren sind Wärmeleitungsvakuummeter, bei denen der geheizte Draht durch oxidische Halbleiter ersetzt ist, die in der Regel einen negativen Widerstandskoeffizienten haben.

fizienten $d\rho/dT$ besitzen. Dieser ist dem Betrage nach wesentlich höher als der von Wolfram oder Platin. In einer Brückenschaltung sind damit die Ausgleichsströme im Nichtgleichgewicht wesentlich größer als bei den Glühdrähten. Um die Nullpunktinstabilität aufgrund von Außentemperaturänderungen zu verbessern, wird ein gleiches Halbleitermaterial, das unter Hochvakuum gekapselt ist, in die Brücke einbezogen.

5.7 Hinweise zur Verwendung von Wärmeleitungsvakuummetern

Wärmeleitungsvakuummeter haben ihre größte Bedeutung im Feinvakuum und dort insbesondere zur Kontrolle des Vorvakuums von mehrstufigen Pumpssystemen und zur Überwachung des Grobpumpvorgangs. Darüber hinaus sind Wärmeleitungsvakuummeter, besonders die nach dem Prinzip der konstanten Temperatur arbeitenden, für Steuer- und Regelzwecke geeignet, da sie eine sehr kleine Einstellzeit von 20 ms–50 ms haben und über ein großes Ausgangssignal 0–10 Volt verfügen. Diese Eigenschaften zusammen mit der Tatsache, dass Wärmeleitungsvakuummeter die preiswertesten elektrisch anzeigen Vakuummeter sind, lassen es verständlich erscheinen, dass sie zu den am weitesten verbreiteten Vakuummessgeräten gehören.

Bei Steuerungsvorgängen muss jedoch beachtet werden, dass die Anzeigen von Wärmeleitungsvakuummetern bei Drücken oberhalb 10 kPa druckunabhängig werden können. Dies ist insbesondere bei Gasen mit einem Molekulargewicht größer als Stickstoff der Fall. Bei einem Belüftungsvorgang besteht somit die Gefahr der Überdruckbeaufschlagung und es muss ein Überdruckventil empfohlen werden.

Wärmeleitungsvakuummeter enthalten als Materialien W, Pt, Ni und Legierungen aus Cr und Ni sowie Cr und Al. Pt und Ni haben katalytische Wirkungen und können bei explosiven Gasmischungen zündend wirken. Heiße Stellen oder gebrochene Drähte und Kurzschlüsse können ebenfalls eine Zündung verursachen, so dass bei explosiven Gasmischungen auf die Verwendung von Wärmeleitungsvakuummetern verzichtet werden sollte.

Änderungen auf der geheizten Oberfläche wie Oxidation oder Verschmutzungen führen zu Änderungen des Wärmetransports (geänderter Energieakkomodationsfaktor) und somit zu Falschanzeigen. Sind diese nicht zu tolerieren, muss das Vakuummeter gereinigt und rekalibriert oder ersetzt werden. Für aggressive Gase werden auch keramikbeschichtete Heizelemente angeboten.

Die Skalenangaben der Anzeigegeräte der im Handel befindlichen Wärmeleitungsvakuummeter gelten für Luft und Stickstoff. Für andere Gase sind die vom Hersteller angegebenen, auf Luft oder Stickstoff bezogenen Kalibrierkurven zu beachten. Ein Beispiel ist in Abb. 39 gezeigt, in der Tab. 3 sind Korrekturfaktoren für verschiedene Gase angegeben.

Hinzuweisen ist auf die Tatsache, dass – wiederum durch die Energieakkommodation der Gasteilchen am geheizten Element – die Korrekturfaktoren erheb-

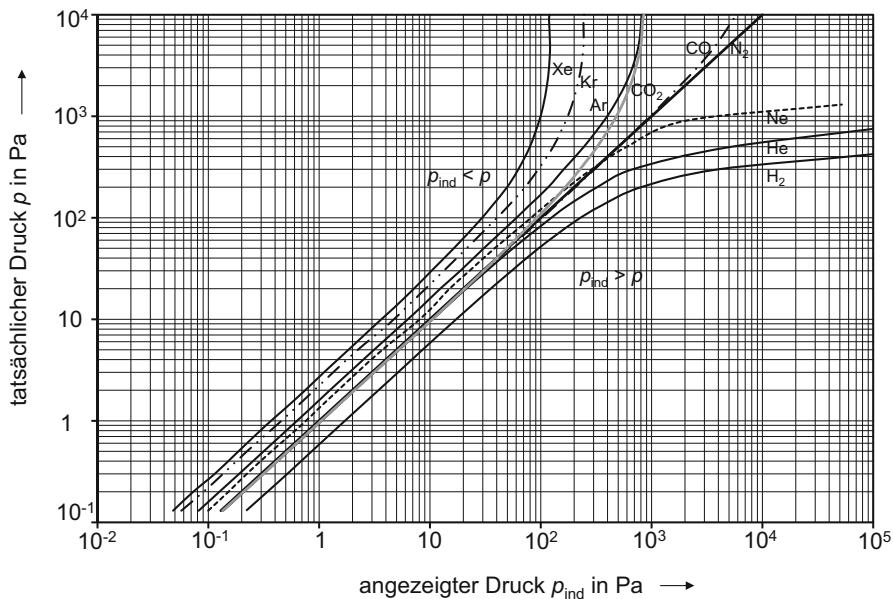


Abb. 39 Kalibrierkurven für ein Wärmeleitungsvakuummeter (TPR 280, Lieferant z. B. Pfeiffer Vacuum), wenn dieses für Stickstoff einen richtigen Wert anzeigt (vgl. Abschn. 5). Aus [42]. Für andere Wärmeleitungsvakuummeter können diese Kurven lediglich als Richtwerte benutzt werden. Auf Stickstoff normierte Gasartabhängigkeit (Korrekturfaktoren) können auch von Gerät zu Gerät um 20 % variieren, typischerweise jedoch um weniger als 5 %:

Tab. 3 Korrekturfaktoren KF und deren Bandbreite für die Druckanzeige vier verschiedener Wärmeleitungsvakuummeter mit konstanter Heizelementtemperatur für verschiedene Gasarten, wenn das Gerät für Stickstoff den richtigen Wert anzeigt (reine Bedingungen). Gegeben ist auch der Druckbereich, in dem KF angewendet werden kann. $KF_{H_2} = 0,62$ bedeutet, dass die Anzeige des Vakuummeters für Wasserstoff zu groß ist und demnach im Bereich 0,1 Pa bis 13 Pa mit $(0,62 \pm 0,07)$ multipliziert werden muss, um den wirklichen Druck zu erhalten. Aus [39]

Gasart	Bereich in Pa	Mittelwert KF	Bandbreite \pm
H_2	0,1–13	0,62	0,07
He	0,1–13	1,04	0,12
Ne	0,5–30	1,39	0,07
CO	0,1–200	0,98	0,02
N_2	0,1–10 000	1,00	
Ar	0,1–90	1,62	0,12
CO_2	0,1–30	0,95	0,03
Kr	0,5–30	2,22	0,16
Xe	0,5–13	2,71	0,20

lich von dessen Oberfläche abhängen und Verschmutzungen diese wesentlich beeinflussen.

6 Gasflussmessgeräte

Der Effekt der Wärmeleitung eines Gases kann nicht nur zur Messung des Drucks, sondern auch zur Messung eines Gasflusses verwendet werden. Während bei der Druckmessung die Wärmeableitung von einem heißen Element durch die thermische Eigenbewegung der Gasteilchen gemessen wird, nutzt man bei der Flussratenmessung die Wärmeableitung durch eine kollektive Fließgeschwindigkeit der Gasteilchen in Richtung fallenden Drucks aus. Ein thermisches Gasflussmessgerät misst den Wärmeübertrag von einem erhitzen Röhrchen auf das in ihm fließende Gas.

Gasflussmessgeräte im Bereich $7 \cdot 10^{-8}$ mol/s bis $4 \cdot 10^{-2}$ mol/s (0,1 sccm bis $5 \cdot 10^4$ sccm, Umrechnung siehe Tab. 1 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“) werden vor allem in der Halbleiterindustrie zur Messung und Steuerung von Gasflüssen in Prozessreaktoren eingesetzt. Dabei haben sich die thermischen Gasflussmessgeräte nach dem beschriebenen Prinzip durchgesetzt.

Ein Gasflusssensor besteht im Wesentlichen aus einer dünnen Kapillare (meist Edelstahl) mit einem Innendurchmesser von 0,25 mm bis 1 mm, die mit einem Heizdraht umwickelt ist, der sowohl einen hohen Widerstand als auch einen starken Temperaturkoeffizienten des spezifischen Widerstands besitzt, so dass der Draht sowohl als Heizelement wie als Temperatursensor dienen kann. Zur Messung gibt es verschiedene Ausführungen:

- Ein einziges Heizelement wird von zwei Temperatursensoren eingerahmt, die die Kapillartemperatur flussaufwärts und flussabwärts messen (Abb. 40).
- Zwei Heizelemente sind in eine Wheatstone'schen Brücke integriert und reagieren auf Temperaturprofiländerungen durch den Gasfluss.
- Drei Heizelemente mit den Temperaturen T_1 , T_2 und T_3 werden auf konstante Temperatur geregelt, wobei $T_2 > T_1 > T_3$, wenn 1–3 die Fließrichtung des Gases angibt. Die Spannung für das zweite Heizelement ist das Messsignal.

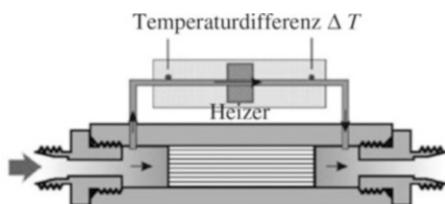


Abb. 40 Gasflussmessgerät mit einem Heizelement und zwei Temperatursensoren, die die Differenz der flussaufwärtsseitigen und -abwärtsseitigen Temperatur messen $\Delta T = T_h - T_n$. Konstruktionschema mit freundlicher Genehmigung von MKS Instruments

In erster Näherung kann die Massenflussrate \dot{m} des Gases aus

$$\dot{m} = \frac{\dot{Q}}{c_p(T_n - T_h)} \quad (27)$$

berechnet werden. \dot{Q} ist der Wärmefluss von der Kapillare, bzw. dem Heizelement, auf das Gas, c_p ist die molare Wärmekapazität des Gases, T_h die Temperatur des Gases flussaufwärts (Hochdruckseite), T_n flussabwärts. Entweder wird die Temperaturdifferenz ($T_n - T_h$) konstant gehalten und die dazu nötige Heizleistung \dot{Q} gemessen oder \dot{Q} wird konstant gehalten und ($T_n - T_h$) gemessen.

Nichtlinearitäten (Abweichungen von Gl. 27) können verschiedene Ursachen haben:

- c_p ist nicht nur eine Eigenschaft des Gases, sondern auch der Temperatur.
- Die Gastemperatur kann unterschiedlich von der gemessenen Wandtemperatur der Kapillare sein.
- Der Wärmeübertragungskoeffizient $\dot{Q}_{\text{Gas}}/\dot{Q}_{\text{Wand}}$ kann vom Gasfluss abhängen.
- Wie beim Wärmeleitungsvakuummeter gibt es Störeffekte durch die Wärmeleitung der Kapillare selbst, durch Strahlungsverluste und durch Wärmeverluste durch Konvektion außerhalb der Kapillare.

Um den Messbereich eines thermischen Gasflussmessgerätes zu erhöhen, wird der Fluss geteilt (Abb. 40): Ein Bypass lässt das Gas ungehindert weiter strömen, ein Abzweig führt das Gas in den eigentlichen Sensor. Um im ganzen Messbereich eine laminare Strömung zu gewährleisten, wird im Bypass ein entsprechendes Strömungshindernis eingefügt.

Es ist unumgänglich, den Flusssensor mit einer temperaturstabilisierten Umhüllung zu umgeben, um einerseits T_h präzise zu definieren und andererseits einen Teil der erwähnten Störeffekte zu minimieren sowie den Nullpunkt zu stabilisieren. Meist wird die Hülltemperatur auf 60 °C eingestellt.

Abb. 41 gibt den prinzipiellen Temperaturverlauf in einem Flusssensor mit einem Heizelement wieder [43]. Kurve 1 zeigt schematisch die Temperaturverteilung entlang der Kapillare, wenn kein Gas durch dieselbe fließt. Kurve 2 zeigt die Temperaturverteilung an der Kapillarenwand, wenn ein Fluss \dot{m} durch die Kapillare fließt, Kurve 3 die Temperatur von Helium, das die Kapillare mit \dot{m} durchströmt, Kurve 4 von Stickstoff mit demselben Wert von \dot{m} . Das Verhalten von Helium ist anders als das von Stickstoff, weil die sogenannte Diffusivität von Helium, das ist das Verhältnis von thermischer Leitfähigkeit zu spezifischer Wärme, größer als die von Stickstoff ist. Je größer dieser Wert, desto eher wird sich die Temperatur des Gases an die Temperatur der umgebenden Kapillare angleichen.

Wenn sich der Gasstrom ändert, wird sich das Temperaturprofil des Gases sehr schnell – innerhalb von ms – ändern, während sich das Temperaturprofil der Kapillare aufgrund der wesentlich größeren Wärmekapazität nur innerhalb von einigen Sekunden in ein neues Gleichgewicht umstellt. Bei Flussänderungen ist

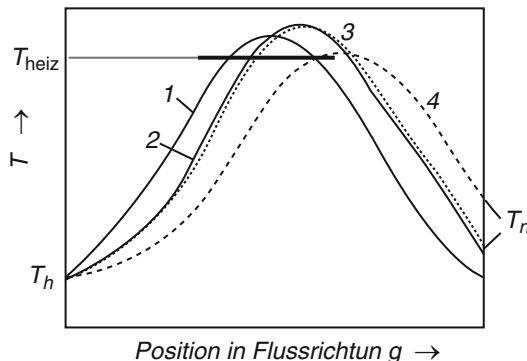


Abb. 41 Der prinzipielle Temperaturverlauf in einem thermischen Gasflusssensor nach Abb. 40 in Abhängigkeit vom Ort im Sensor. 1 Temperatur der Kapillarwand ohne Gasfluss, 2 mit Gasfluss, 3 gestrichelt, Temperatur des fließenden Heliums, 4 Stickstoffs. Die Position des auf T_{heiz} geheizten Rohrteiles ist durch einen dicken Strich markiert. T_h Temperatur auf der Hochdruckseite (flussaufwärts), T_n auf der Niederdruckseite (flussabwärts)

somit mit Zeitkonstanten von einigen Sekunden zu rechnen, was bei Steuerungskreisen zu berücksichtigen ist.

Thermische Gasflusssmessgeräte werden in der Regel für Stickstoff kalibriert. Die Hersteller geben für andere Gasarten Korrekturfaktoren K_{Gas} an, die jedoch durch Korrekturfunktionen $K_{\text{Gas}}(m)$ ersetzt werden müssen, wenn Messgenauigkeiten <20 % gefordert werden [43, 44], weil die angegebenen Korrekturfaktoren die Wärmeleitung durch das Gas nicht berücksichtigen.

Durch den Bypass können zusätzliche Abhängigkeiten der Gaskorrekturfunktionen auftreten: Die Viskosität ist bei den Gasarten unterschiedlich temperaturabhängig, so dass sich die Gasflüsse in Abhängigkeit von der Gasart verschieden auf die Messkapillare und den Bypass aufteilen.

Metrologische Untersuchungen haben gezeigt [43], dass die Orientierung der Flussmesser zum Gravitationsfeld den Nullpunkt beeinflusst (die Temperaturverteilung der Kapillare ändert sich durch die veränderte Konvektion), die Messwerte bleiben jedoch richtig, wenn die Nullpunktkorrektur durchgeführt wurde. Auch die Abhängigkeit der Empfindlichkeit vom Eingangsdruck ist vernachlässigbar (0,75 % Änderung pro MPa Druckänderung). Die Langzeitstabilität ist recht gut, die relativen Messabweichungen liegen innerhalb $\pm 1 \%$ bei einem Ein-Jahreszeitraum [44]. Allerdings wiesen nicht kalibrierte Geräte Abweichungen der Messwerte von bis zu 17 % von den wahren Gasflüssen auf [44].

Literatur

1. Wolf, A.: An elementary theory of the Bourdon gage. *J. Appl. Mech.* **13**, 207–210 (1946)
2. Jennings, F.B.: Theories on Bourdon tubes. *Trans. ASME* **78**, 55–64 (1956)
3. Olson, A.R., Hurst, I.L.: A new differential pressure gauge. *J. Chem. Phys.* **51**, 2378 (1929)

4. Bonfig, K.W.: Technische Druck- und Kraftmessung. Expert Verlag, Ehningen (1988)
5. Harada, K.: Various applications of resonant pressure sensor chip based on 3-D micro-machining. *Sens Actuators A* **73**, 261–266 (1999). Siehe auch Referenzen 6 und 7 hierin
6. Müller, A., et al.: Final report on key comparison CCM.P-K4 of absolute pressure standards from 1 Pa to 1,000 Pa. *Metrologia* **39**, Tech. Suppl. 07001 (2002)
7. Redhead, P.A.: The measurement of vacuum pressures. *J. Vac. Sci. Technol. A* **2**, 132–138 (1984)
8. Arai, K., Yoshida, H., Kobata, T.: Measurement of volume change induced by a bulging of a diaphragm inside a differential type capacitance diaphragm gauge. *Measurement* **48**, 149–154 (2014)
9. Sharma, J.K.N., Sharma, D.R., Gupta, A.C.: Zero shift in the differential capacitance diaphragm gauges due to the change in line pressure. *J. Vac. Sci. Technol. A* **9**, 2389–2393 (1991)
10. Takaishi, T., Sensui, Y.: Thermal transpiration effect of hydrogen, rare gases and methane. *Trans. Faraday Soc.* **59**, 2503–2514 (1963)
11. Chu Liang, S.: Some measurements of thermal transpiration. *J. Appl. Phys.* **22**, 148–153 (1951)
12. Setina, J.: New approach to corrections for thermal transpiration effects in capacitance diaphragm gauges. *Metrologia* **36**, 623–626 (1999)
13. Jitschin, W., Röhl, P.: Quantitative study of the thermal transpiration effect in vacuum gauges. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 372–375 (1987)
14. Poulter, K.F., et al.: Thermal transpiration correction in capacitance manometers. *Vacuum* **33**, 311–316 (1983)
15. Meyer, O.E.: Über die innere Reibung der Gase. *Pogg. Ann.* **125**, 177 (1865)
16. Maxwell, J.C.: The Bakerian lecture: On the viscosity or internal friction of air and other gases. *Philos. Trans. R. Soc. Lond* **156**, 249 (1866)
17. Kundt, A., Warburg, E.: Über Reibung und Wärmeleitung verdünnter Gase. *Pogg. Ann.* **155**, 337 (1875)
18. Sutherland, W.: On thermal transpiration and radiometer motion. *Philos. Mag. Ser. 5* **42**, 373 (1896)
19. Hogg, J.L.: Friction and force due to transpiration as dependent on pressure in gases. *Proc. Am. Acad. Arts Sci.* **42**, 113 (1906)
20. Holmes, F.T.: Axial magnetic suspensions. *Rev. Sci. Instrum.* **8**, 444 (1937)
21. Beams, J.W., Young, J.L., Moore, J.W.: The production of high centrifugal fields. *J. Appl. Phys.* **17**, 886 (1946)
22. Beams, J.W., Spitzer Jr., D.M., Wade Jr., J.P.: Spinning rotor pressure gauge. *Rev. Sci. Instrum.* **33**, 151 (1962)
23. Fremerey, J.K.: Cavity type permanent magnet suspension. *Rev. Sci. Instrum.* **44**, 1396–1397 (1973)
24. Fremerey, J.K.: Gas friction vacuum meter and method of making measuring body US Patent 4395914 (1983)
25. Fremerey, J.K.: Spinning rotor vacuum gauges. *Vacuum* **32**, 685–690 (1982)
26. Fremerey, J.K.: The spinning rotor gauge. *J. Vac. Sci. Technol. A* **3**, 1715–1720 (1985)
27. Weller, A.: Temperature determination of freely rotating bodies. *Rev. Sci. Instrum.* **54**, 952–957 (1983)
28. Fremerey, J.K.: Theoretical model for calculation of molecular drag on tangentially moving rough surfaces. In: Proceedings of 8th International Vacuum Congress, 4th ICSS and 3rd ECOSS, Bd. II, S. 869–872, Cannes (1980)
29. Lindenau, B.E., Fremerey, J.K.: Linearization and temperature compensation up to one atmosphere for the SRG. *J. Vac. Sci. Technol. A* **9**, 2737–2743 (1991)
30. Setina, J., Looney, J.P.: Behaviour of commercial SRGs in the transition regime. *Vacuum* **44**, 577–580 (1993)
31. Dittmann, S., Lindenau, B., Tilford, C.R.: The molecular drag gauge as a calibration standard. *J. Vac. Sci. Technol. A* **7**, 3356–3360 (1989)
32. Röhl, P., Jitschin, W.: Performance of the spinning rotor gauge with a novel transport device as a transfer standard for high vacuum. *Vacuum* **38**, 507 (1988)

-
- 33. Ono, M., et al.: Design and performance of a quartz oscillator vacuum gauge with a controller. *J. Vac. Sci. Technol. A* **3**, 1746 (1985)
 - 34. Hirata, M., Kokobun, K., Ono, M., Nakayama, K.: Size effect of a quartz oscillator on its characteristics as a friction vacuum gauge. *J. Vac. Sci. Technol. A* **3**, 1742–1745 (1985)
 - 35. Pirani, M.: Selbstzeigendes Vakuum-Meßinstrument. *Dtsch. Phys. Ges. Verh.* **8**, 686 (1906)
 - 36. Plöchinger, H. (Erf.): Patentanmeldung DE102013012434A1. Sensoren zur Erfassung von Fluideigenschaften mit Wärmeverlustausgleich und dessen Betriebsweise. (2014)
 - 37. Plöchinger, H.: Thermal conductivity measurement with a free floating molecule detector. *Vak Forsch Prax* **28**(6), 38–41 (2016). <https://doi.org/10.1002/vipr.201600629>
 - 38. Leck, J.H.: Total and Partial Pressure Measurement in Vacuum Systems, S. 49 ff. Blackie, Glasgow (1989)
 - 39. Jitschin, W., Ludwig, S.: Gepulstes Pirani-Vakuummeter: Berechnung von Aufheizung und Abkühlung. *Vak Forsch Prax* **16**(6), 297–301 (2004)
 - 40. Jitschin, W., Ludwig, S.: Gepulstes Heißdraht-Vakuummeter mit Prani-Sensor. *Vak Forsch Prax* **16**(1), 23–29 (2004)
 - 41. Plöchinger, H.: Fortschritt in der Vakuummesstechnik. *Vak Forsch Prax* **14**(5), 281–283 (2002)
 - 42. Jousten, K.: On the gas species dependence of Pirani vacuum gauges. *J. Vac. Sci. Technol. A* **26**, 352–359 (2008)
 - 43. Hinkle, L.D., Mariano, C.F.: Toward understanding the fundamental mechanism and properties of the thermal mass flow controller. *J. Vac. Sci. Technol. A* **9**, 2043–2047 (1991)
 - 44. Tison, S.A.: A critical evaluation of thermal mass flow meters. *J. Vac. Sci. Technol. A* **14**, 2582–2591 (1996)



Ionisationsvakuummeter

25

Karl Jousten

Zusammenfassung

In Ionisationsvakuummetern werden die neutralen Gasteilchen ionisiert und der entstehende Ionenstrom gemessen. Die Ionisierung erfolgt entweder in einem Plasma oder durch einen Elektronenstrahl. Ionisationsvakuummeter messen sehr empfindlich die Gasdichte und sind daher als Messgerät für das Ultrahochvakuum geeignet.

1 Prinzip und Einteilung

Bei Ionisationsvakuummetern erfolgt die Druckmessung auf indirekte Weise durch Messung einer der Teilchenanzahldichte n proportionalen elektrischen Größe. Zur Erzeugung dieser elektrischen Größe wird das Gas, dessen Druck gemessen werden soll, im Messkopf des Ionisationsvakuummeters teilweise ionisiert. Je nach der Art, wie diese Ionisierung vorgenommen wird, ist die elektrische Messgröße entweder ein reiner Ionenstrom (Abschn. 3 und 3.2) oder ein Gasentladungsstrom (Abschn. 4).

Im Falle eines Emissionskathodenionisationsvakuummeters (Hot Cathode Gauge) werden die das Gas ionisierenden Elektronen in einer Emissionskathode, meist einer Glühkathode K (Abb. 1) erzeugt und auf eine diese umgebende, als Gitter ausgebildete Anode beschleunigt. Die von der Kathode K emittierten Elektronen mit der Stromstärke I^- stoßen mit den Gasteilchen zusammen, die dabei mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit ionisiert werden. Die so gebildeten positiven Ionen gelangen zum Ionenkollektor C und werden als Ionenstrom I^+ gemessen.

Bei den Ionisationsvakuummetern mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern wird durch Anlegen einer hinreichend hohen Gleichspannung (Größenordnung

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

einige Kilovolt) zwischen zwei Metallelektroden (Kathode, Anode) eine Gasentladung gezündet. Um die Gasentladung auch bei kleinen Drücken aufrechtzuerhalten, werden die Elektronenbahnen wesentlich verlängert, indem zum elektrischen Feld ein magnetisches Feld gekreuzt wird. Der Gasentladungsstrom ist druckabhängig und dient als Messgröße für die Gassdichte bzw. den Gasdruck.

Der frühere Begriff Kaltkathodenionisationsvakuummeter sollte vermieden werden, weil er zu Missverständnissen führen kann. Unter Kaltkathoden (cold cathodes) versteht man heute Kathoden, in denen Elektronen nicht durch Glühen eines Drahtes erzeugt werden, sondern durch „kalte“ Feldemission. Solche kalten Kathoden können die heißen Kathoden in emissiven Ionisationsvakuummetern durchaus ersetzen.

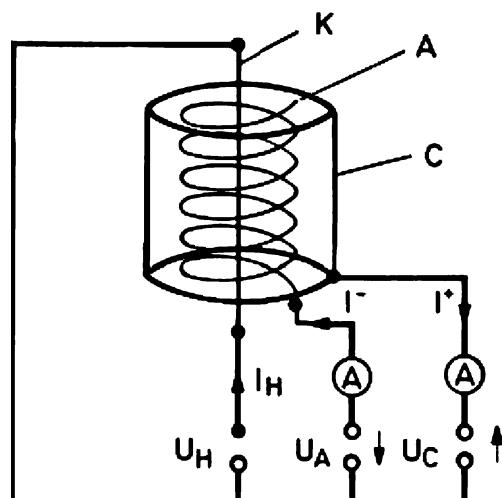
2 Geschichtliche Entwicklung der Ionisationsvakuummeter

Der Ursprung der Ionisationsvakuummeter datiert auf das Jahr 1909, als *Baeyer* [1] zeigte, dass eine triodierte Vakuumröhre als Vakuummessgerät verwendet werden konnte. Als Erfinder des Ionisationsvakuummeters jedoch wird gewöhnlich *Buckley* 1916 [2] genannt, der später die Triode als Ionisationsvakuummeter bis zu einer Messgrenze von 10^{-6} Pa verbesserte.

Drei Elektroden werden für ein Ionisationsvakuummeter benötigt: Die Kathode als Quelle der Elektronen, die Anode und der Kollektor, der die erzeugten positiven Ionen aufsammelt. Die mit Glas umgebenen klassischen Triodenröhren hatten drei Elektroden zur Verfügung (Abb. 2). Als Ionenkollektor konnte das Gitter verwendet werden, gebräuchlicher war aber die Anodenplatte als Kollektor zu verwenden, weil dort der Ionenstrom größer war und damit die Triode empfindlicher.

Einige der wesentlichen Ideen, die in der elektrischen Schaltung der Triode des Abb. 2 realisiert sind, werden auch heute noch verwendet: Der Ionenkollektor muss

Abb. 1 Prinzipieller Aufbau des Ionisationsvakuummeters mit Glühkathode:
 U_H = Heizspannung;
 I_H = Heizstrom der Glühkathode;
 U_A = Anodenspannung;
 I^- = Elektronenstrom zur Anode; I^+ = Ionenstrom zum Kollektor; K Kathode; A Anode; C Kollektor



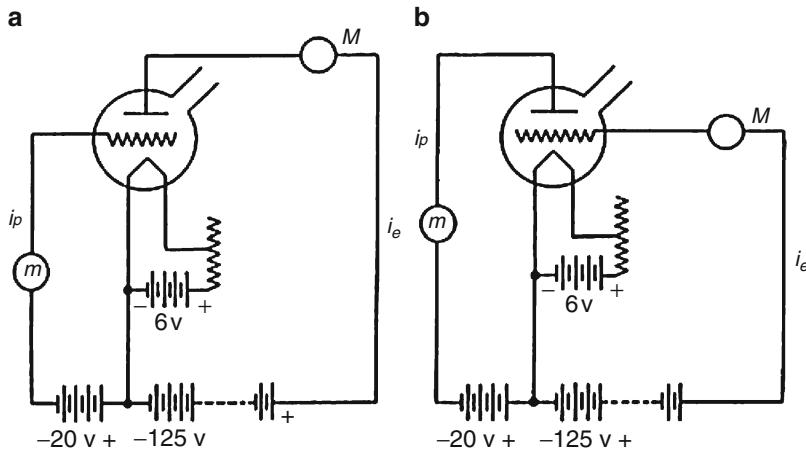


Abb. 2 Die Verwendung einer Triode als Ionisationsvakuummeter [3]. **a** Die Steuerelektrode („Gitter“) dient als Ionenkollektor; **b** Die Steuerelektrode dient als Anode zur Beschleunigung der Elektronen, die ursprüngliche Anode als Kollektor

gegenüber der Kathode negativ sein, damit nur Ionen, aber keine Elektronen zu ihm gelangen können. Die Beschleunigungsspannung der Elektronen, das ist die Spannung zwischen Kathode und Anode, muss etwa 100 Volt betragen.

Der Grund hierfür ist, dass die Ionisierungswahrscheinlichkeit der neutralen Gasmoleküle von der Energie der Elektronen abhängt und bei 100 Volt ein Maximum bei den meisten Gasen erreicht (Abb. 5).

Weil die Elektronenenergie auf dem ganzen Weg hoch sein sollte, wird gewöhnlich eine Spannung etwas größer als 100 Volt eingestellt. Dies hat auch den Vorteil, dass der Unterschied in der Ionisierungswahrscheinlichkeit zwischen verschiedenen Gasen weniger groß ist.

Der wesentliche Aufbau der Triode wurde 30 Jahre lang nicht verändert, obwohl sich die Physiker wunderten, warum in keinem Vakuumbehälter der Druckwert 10^{-6} Pa unterschritten werden konnte. Die Vakuumpumpen wurden kontinuierlich verbessert und in den 1930er- und 1940er-Jahren gab es Hinweise aus Messungen von Änderungsraten wie Austrittsarbeit oder thermionischer Emission, dass tatsächlich wesentlich geringere Drücke erreicht wurden, als von den Trioden angezeigt wurde.

Beim ersten Internationalen Vakuum Kongress (IVC) 1947 schlug *Nottingham* vor, dass das untere Drucklimit nicht durch die Pumpen begrenzt würde, sondern durch den „Röntgeneffekt“ in der Triodenröhre: Weiche Röntgenstrahlen, die beim Auftreffen der Elektronen auf der Anode entstehen, würden, wenn sie auf den Kollektor trafen, dort Photoelektronen auslösen. Dieser Photoelektronenstrom vom Kollektor weg ist ununterscheidbar von einem Ionenstrom zum Kollektor hin.

Diese Hypothese wurde bald von *Bayard* und *Alpert* bestätigt, die die Größe des Kollektors reduzierten, indem sie ihn statt als einen die anderen Elektroden umgebenden Zylinders zu einem dünnen Draht auf der Achse des zylindrischen

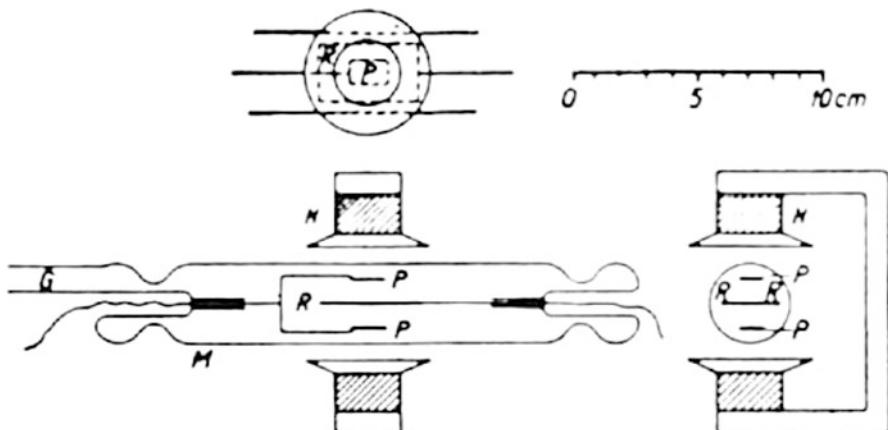


Abb. 3 Historische Penning-Röhre aus dem Jahr 1937 [4]. G Glasröhre zum Vakuumsystem; M Glasumhausung; H Magnete; R Ringanode; P Kathode. Später erweiterte Penning die Anode von einem Ring in seiner ersten Version zu einem offenen Zylinder [6]. Diese Geometrie wird heute in Ionenerstüerppumpen benutzt, aber nur in einfachen, robusten Messgeräten

Anodengitters ausbildeten. Diese elegante Lösung senkte die untere Messgrenze um zwei Größenordnungen und wird auch heute noch in den sogenannten *Bayard-Alpert-Röhren* benutzt.

Als Erfinder des Ionisationsvakuummeters mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern gilt Penning im Jahr 1937 [4], basierend auf seiner Patentanmeldung zum Beschichten durch Sputtern aus dem Jahr 1936 [5]. Er benutzte eine Hochspannung von 2 kV, um eine Entladung zwischen einer Kathode und Anode zu zünden. Ein zusätzliches Magnetfeld, senkrecht zum elektrischen Feld, sorgte dafür, dass sich der Weg der Elektronen durch die durchlaufenden Schraubenbahnen stark verlängerte und die Entladung auch bei kleineren Drücken brannte (Abb. 3).

3 Ionisationsvakuummeter mit Emissionskathode

3.1 Messprinzip

Auf dem Weg Δl durch das Gas der Teilchenanzahl dichte n (vgl. Abb. 4 ► Abschn. 2.5 in Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) führen N^- -Elektronen

$$\Delta N^- = N^- n \sigma \Delta l \quad (1)$$

Stöße aus und bilden dabei ebenso viele Ionen $\Delta N^+ = \Delta N^-$. Dabei ist σ der von der Energie der stoßenden Elektronen und der Gasart abhängige Wirkungsquerschnitt für Ionisierung. Die Größe $n \sigma$ gibt die von einem Elektron auf der Längeneinheit seines Weges in einem Gas der Teilchenanzahl dichte n gebildete Zahl von Ionen an und wird differentielle Ionisierung P_{ion} genannt. Oft wird P_{ion} für ein Gas vom

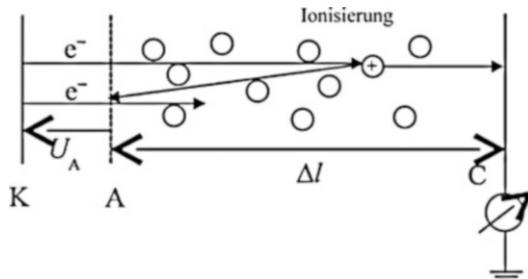
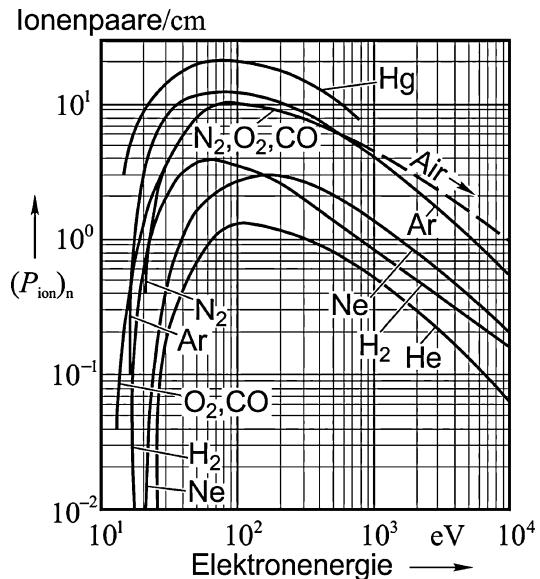


Abb. 4 Schema des Ionisationsvakuummeters zur Berechnung des Ionenstroms $I^+ \cdot U_A =$ Beschleunigungsspannung der Elektronen, eU_A = Elektronenenergie. K Kathode, A Anode, C Kollektor

Abb. 5 Differenzielle Ionisierung $(P_{\text{ion}})_n$ von Elektronen verschiedener Energie in verschiedenen Gasen eines Drucks von 133 Pa und einer Temperatur 0 °C



Druck $p_n = 1 \text{ Torr} = 133 \text{ Pa}$ und der Temperatur $T_n = 273 \text{ K}$ angegeben. Nach der idealen Gasgleichung (Gl. 19 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) ist dann $n_n = 3,54 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-3}$. Abb. 5 zeigt die differenzielle Ionisierung $(P_{\text{ion}})_n$ für diesen Gaszustand für verschiedene Gase. Weitere Werte, auch für andere Gase können [7] entnommen werden. Dort sind allerdings Ionisationsquerschnitte angegeben.

Dividiert man Gl. 1 durch die Zeit, so erhält man die elektrische Stromstärke; der Elektronenstrom I_e erzeugt also den Ionenstrom

$$I^+ = I_e n \sigma \Delta l = I_e P_{\text{ion}} \Delta l \quad (2)$$

mit $P_{\text{ion}} = (P_{\text{ion}})_n n/n_n$. Setzt man in Gl. 2 den Wert von n aus Gl. 19 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ ein, so ergibt sich der Zusammenhang des auf dem Kollektor C aufgefangenen Ionenstroms I^+ mit dem

Druck p

$$I^+ = I_e \frac{\sigma \Delta l}{kT} p = I_e \frac{P_{\text{ion}}}{p_n} \frac{T_n}{T} \Delta l p = I_e S p \quad (3)$$

Die hier eingeführte Vakuummeterkonstante S (im Englischen ist die Bezeichnung „sensitivity“ üblich geworden, so auch in ISO 3529-3:2013)

$$S = \frac{I^+}{I_e p} = \frac{P_{\text{ion}}}{p_n} \frac{T_n}{T} \Delta l \quad (4)$$

hängt neben der Gasart unter anderem auch von der mittleren Weglänge Δl der Elektronen im Messkopf ab, d. h. von der Geometrie des Systems. Δl lässt sich nicht mit hinreichender Genauigkeit bestimmen (nur für das einfache System von Abb. 4 wäre $\Delta l \approx l$), so dass S durch eine Kalibrierung bestimmt werden muss.

Es soll bereits hier darauf hingewiesen werden, dass es auch einen Anteil des Ionenstroms I^+ gibt, der nicht vom Druck abhängt. Darüber hinaus ist S nur für eine spezielle Gasart wohldefiniert. Das Restgas mit dem Druck p_0 dagegen ist ein Gasgemisch, dessen Zusammensetzung in der Regel sogar unbekannt ist. Aus diesen Gründen wird S genauer mit

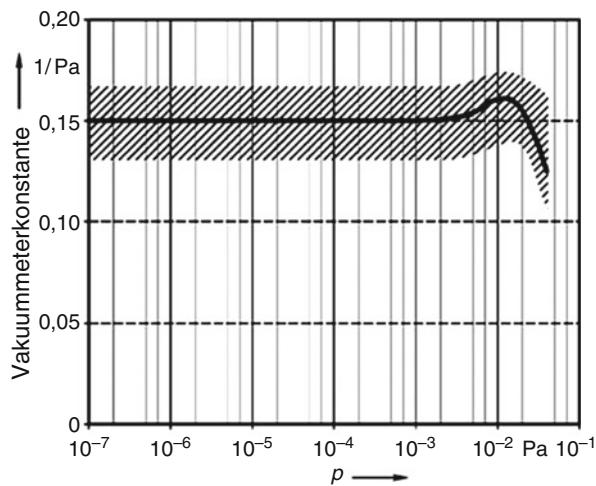
$$S = \frac{(I^+ - I_0)}{I_e(p - p_0)} \quad (5)$$

definiert, wobei I_0 den Ionenstrom beim Restdruck p_0 bezeichnet.

Gl. 4 zeigt auch, dass S von der Temperatur T abhängt, was bei genauen Messungen berücksichtigt werden muss, insbesondere, wenn die Temperatur bei der Benutzung erheblich von der Temperatur bei der Kalibrierung abweicht.

Die Vakuummeterkonstante S hat z. B. die Einheit 1/Pa. Abb. 6 zeigt S schematisch als Funktion von p im Bereich 10^{-7} Pa bis einige 10^{-2} Pa. Bei höheren Drücken nimmt die Vakuummeterkonstante ab, weil der Ionenstrom mit dem erzeugten Sekundärelektronenstrom in die gleiche Größenordnung wie der ionisierende Elektronenstrom (Emissionsstrom) kommt. Da der Emissionsstrom stabil gehalten wird, nimmt die Ionisationsrate ab. Darüber hinaus nimmt die freie Weglänge sowohl der Elektronen wie der Ionen ab und die zunehmende Zahl der Stöße führt zu einer Verminderung der Ionisationswahrscheinlichkeit für ein Elektron bzw. zu einer vermehrten Wahrscheinlichkeit, dass das Ion den Kollektor nicht erreicht. Alle Effekte vermindern die Vakuummeterkonstante bei höheren Drücken, die Anzeige des Ionisationsvakuumeters wird nicht linear. Das Einsetzen dieser Nichtlinearität geschieht zwischen 10^{-2} Pa und 1 Pa und hängt von der Art und Geometrie des Ionisationsvakuumeters ab.

Abb. 6 Vakuummeterkonstante S in Pa^{-1} eines Ionisations-Vakuummeters als Funktion des Gasdrucks p (schematisch). Innerhalb des schraffierten Bereichs kann sich die Kennlinie neigen:



Wie in Abb. 6 schematisch gezeigt, kann es vor dem Absinken der Vakuummeterkonstante S bei höheren Drücken zu einer geringen Erhöhung derselben kommen. Der Grund ist, dass die Ioneneinfangwahrscheinlichkeit des Kollektors zunimmt, weil die axiale Bewegung der Teilchen durch vermehrte Stöße eingeschränkt wird und weniger Ionen die Röhre verlassen können, ohne zum Kollektor zu gelangen. Darauf wird nochmals in Abschn. 3.5 eingegangen.

Neben der Vakuummeterkonstante S wird häufig auch die Empfindlichkeit K (ionisation sensitivity, ISO 3529-3:2013) angegeben, die durch die Gleichung

$$K = \frac{\Delta I^+}{\Delta p} \quad (6)$$

definiert ist. Dabei ist ΔI^+ die Stromänderung auf die Druckänderung Δp .

Im Falle von Emissionskathoden-Ionisationsvakuummetern [8] ist nach Gl. 3

$$K = SI_e \quad (7)$$

Der Ionenstrom I^+ ist gemäß Gl. 3 die dem Druck p proportionale Messgröße. Der von der Kathode emittierte Elektronenstrom I_e , der sich bei konstantem Heizstrom infolge Gasbeladung und anderer Oberflächeneffekte (Austrittsarbeit) mit p ändern kann, wird mit elektronischen Mitteln durch entsprechende Regelung der Kathodenheizung auf einem konstanten, im Bereich $10 \mu\text{A}$ – 10 mA wählbaren Wert gehalten. Bei einem typischen Wert $I_e = 1 \text{ mA}$ ergibt sich mit der Vakuummeterkonstante $S = 0,1/\text{Pa}$ die Empfindlichkeit $K = 10^{-4} \text{ A/Pa}$, d. h., einem Druck $p = 10^{-4} \text{ Pa}$ entspricht ein Ionenstrom $I^+ = 10^{-8} \text{ A}$.

Es ist aber auch möglich, dass in einem Ionisationsvakuummetersystem eine Gasaufzehrung stattfindet, die zu einer Druckerniedrigung im Messkopf führen kann. Eine Abschätzung für die Gasaufzehrung erhält man, wenn man annimmt,

dass jedes aufgefangene Ion aufgezehrt, d. h. gepumpt, wird. In diesem Fall ergibt sich für die zeitbezogene abgepumpte Teilchenanzahl aus den Gl. 4 und 7

$$\dot{N} = \dot{N}^+ = \frac{I^+}{e} = \frac{I_e}{e} Sp = \frac{K}{e} p \quad (8)$$

Zusammen mit der Zustandsgleichung; Gl. 19 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“

$$V = N \frac{kT}{p} \quad \text{und entsprechend} \quad \dot{V} = \dot{N} \frac{kT}{p} \quad (9)$$

ergibt sich das Saugvermögen

$$S_{\text{pump}} =: \dot{V} = K \frac{kT}{e} \quad (10)$$

oder für $T = 296$ K

$$\frac{S_{\text{pump}}}{\text{L/s}} = 26 \frac{K}{\text{A/Pa}} \quad (11)$$

Die Gasaufzehrung des Messgeräts ist also proportional zu seiner Empfindlichkeit K .

3.2 Aufbau der Emissionskathoden-Ionisationsvakuummeter

Auf der Basis des in Abb. 1 dargestellten Glühkathoden-Ionisationsvakuummeters-Prinzips ist eine Anzahl verschiedener Ausführungsformen entwickelt worden, insbesondere nach den Gesichtspunkten des Messbereichs [9] und des fertigungstechnischen Aufwands. Im Folgenden sollen die wichtigsten vier Bauprinzipien von Messsystemen beschrieben werden, die sich vor allem durch ihren Messbereich unterscheiden. Abb. 7 zeigt schematisch die Messbereiche für die verschiedenen Typen. Die untere Messbereichsgrenze ist erreicht, wenn sich der angezeigte Druck p_A nicht mehr ändert, obwohl sich der umgebende Druck p_w ändert. Der obere Messbereich ist erreicht, wenn der Ionenstrom bzw. angezeigte Druck mit zunehmendem Druck absinkt.

3.3 Konzentrische Triode

Dieses älteste Ionisationsvakuummeter-System ist aus einer Verstärkertriode hervorgegangen (Abb. 2), wobei die zentral angeordnete Kathode von einem zylindrischen Gitter (Anode) als Elektronenfänger und dieses wiederum konzentrisch von einem zylinderförmigen Ionenfänger (Kollektor) umgeben ist. Die von der Kathode

Abb. 7 Druckanzeige p_A als Funktion des herrschenden Drucks p_W für verschiedene Typen von Ionisationsvakuummetern (Richtwerte)

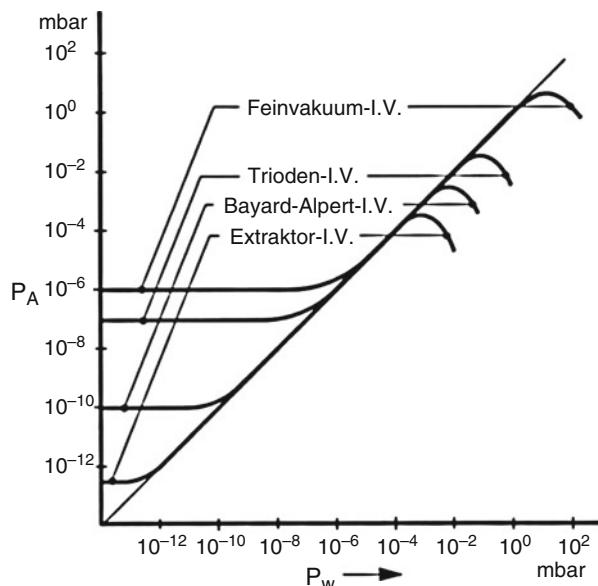
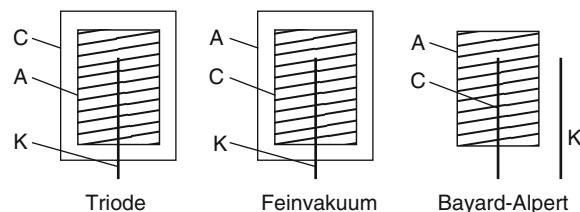


Abb. 8 Schnittschema dreier Typen von zylindrischen Ionisationsvakuummetern mit Emissions-Kathode. A Anode; C Kollektor; K Kathode



emittierten Elektronen werden in Richtung auf die Anode beschleunigt und können einige Male um die Gitterdrähte pendeln, bevor sie die Anode erreichen.

Die dabei im Bereich zwischen Anode und Ionenfänger durch Elektronenstoß erzeugten Ionen gelangen zum Ionenfänger und erzeugen so ein dem Druck proportionales Gleichstromsignal. Abb. 8 zeigt links eine solche Ionisationsvakuummeter-Röhre für den Messbereich 10^{-5} Pa–1 Pa. Die untere Messbereichsgrenze ergibt sich aus dem sogenannten Röntgeneffekt (vgl. auch Abschn. 2 und 3.5): Elektronen, die auf die Anode treffen, lösen Röntgenquanten aus. Diese Photonen wiederum, treffen sie auf den Kollektorzylinder, lösen dort Sekundärelektronen aus, die nicht von einem Ionenstrom unterschieden werden können.

3.4 Feinvakuum-Ionisationsvakuummeter

Durch die Entwicklung von „durchbrennsicheren“ Oxid-Kathoden konnte einerseits die Lebensdauer von Ionisationsmanometer-Systemen verlängert werden, zum anderen die Beschränkung auf einen maximalen Arbeitsdruck von 1 Pa entfallen. Es war jedoch zunächst nicht möglich, den Messbereich der Triode nach höheren Drücken

hin zu erweitern, weil die Empfindlichkeit mit zunehmendem Druck abnimmt. Die Kalibrierkurve weicht, wie auf Abb. 7 (Triode) dargestellt, vom linearen Verlauf erheblich ab [10, 11].

Dieses Problem konnte man durch Vertauschen der Funktionen von Anode und Ionenfänger und durch Verringern der Abstände lösen. Die in der Mitte angeordnete Kathode ist von einem gegenüber der Kathode auf negativem Potenzial befindlichen Gitter als Ionenfänger und dieses wiederum von einer gegenüber der Kathode auf positivem Potenzial befindlichen Anode als Elektronenfänger umgeben. Durch die Betriebsweise ist es möglich, den Messbereich von 1 Pa auf 100 Pa auszudehnen. Abb. 9 zeigt ein solches Messsystem als Einbausystem. Die Kathode besteht aus einem Iridiumband, das mit einer Thorium-Oxid-Schicht belegt ist. Eine solche Kathode brennt auch bei Luftdruck nicht durch, sie ist jedoch wesentlich kostspieliger als eine Kathode aus dünnem Wolframdraht. Zu Materialien für Heizfäden siehe auch ▶ Abschn. 2.2 in Kap. 26, „Partialdruckmessung“.

Das Umbiegen der Kennlinie bei höheren Drücken führt zu einer Doppeldeutigkeit der Druckanzeige. In der messtechnischen Praxis ist nicht immer ohne weiteres festzustellen, an welcher Stelle der Kennlinie man sich befindet. Dies muss experimentell festgestellt werden: Im „rechten“ Teil der Charakteristik führt eine Druckerhöhung zu einer Minderung der Druckanzeige.

Abb. 9 Feinvakuum-Ionisationsvakuummeter HPG 400 der Firma Inficon mit einem Messbereich von 1 mPa bis 100 Pa, kombiniert mit einem Piranimessgerät. A Anode (+180 Volt); C Kollektor (0 Volt); K Kathode (+37 Volt); P Piranivakuummeter. Mit freundlicher Genehmigung der INFICON AG, Liechtenstein

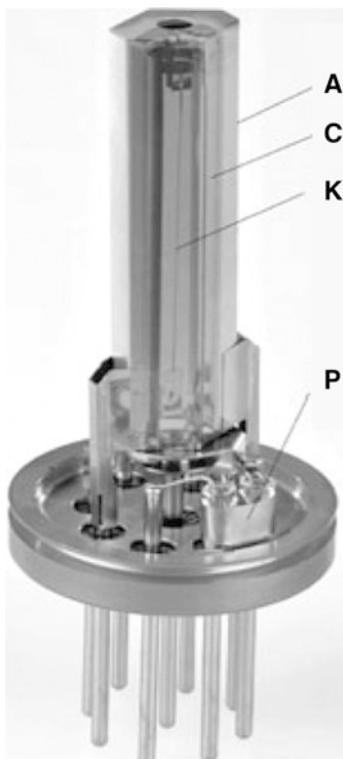
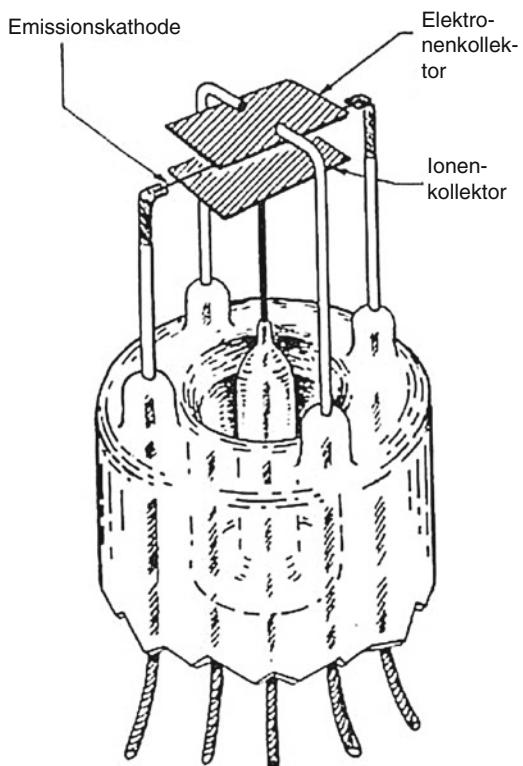


Abb. 10 Feinvakuum-Ionisationsvakuummeter nach Schulz und Phleps [12]. Die Emissionskathode befand sich auf 60 V, die Anode (Elektronenkollektor) auf 120 V, der Ionenkollektor auf 0 V



Ein historisch recht bekannt gewordenes und beeindruckend einfach aufgebautes Feinvakuum-Ionisationsvakuummeter ist das in Abb. 10 gezeigte von Schulz und Phleps [12]. Abhängig von der Gasart war es bis zu 130 Pa linear.

3.5 Ionisationsvakuummeter nach Bayard und Alpert

Beim Auftreffen von Elektronen auf Materie entstehen Photonen (Röntgenstrahlen), deren Anzahl proportional dem Elektronenstrom ist. Diese Photonen lösen beim Auftreffen auf Metalloberflächen Photoelektronen aus, die die Oberfläche dann verlassen können, wenn ein entsprechendes elektrisches Feld vorhanden ist. Ein solches Feld ist im Ionisationsvakuummeter am Ionenfänger (Ionenkollektor) vorhanden. Dieser den Ionenkollektor verlassende, druckunabhängige, dem Elektronenstrom proportionale Photoelektronenstrom vergrößert den zum Ionenfänger hin fließenden positiven Ionenstrom um einen konstanten Wert, so dass eine zu hohe Druckanzeige die Folge ist. Die dadurch hervorgerufene Begrenzung des Messbereichs zu niedrigen Drücken liegt bei den in Abschn. 3.3 und 3.4 beschriebenen Messsystemen zwischen 10^{-4} Pa und 10^{-5} Pa.

Die Idee von *Bayard* und *Alpert* [13] zur Verringerung des Röntgeneffekts bestand darin, ein Ionisationsvakuummeter aufzubauen, bei dem der Ionenkollektor eine besonders kleine Oberfläche hat (Abb. 11). Der Kollektor besteht aus einem sehr dünnen Draht (Durchmesser einige 10 µm) und befindet sich auf der Achse des zylindrischen Anodengitters B. Die Kathode A ist außerhalb der Anode. Bayard-Alpert-Ionisationsvakuummeter erreichen eine Röntgengrenze von 10^{-8} Pa bis 10^{-9} Pa.

Ein kommerziell erhältliches Messsystem dieser Art ist in Abb. 12 gezeigt. Dieses hochwertige Messsystem wurde speziell für genaue Messungen mit hoher Stabilität der Vakuummeterkonstante entwickelt [14, 15].

Abb. 13 zeigt das Blockschaltbild eines Ionisationsvakuummeters, wobei der mit H bezeichnete Block den Emissionsstrom der Kathode K regelt (der Elektronenstrom I_e kann in mehreren Stufen einstellbar sein), im Block A wird die Anodenspannung erzeugt und im Block C wird der Ionenstrom so weit verstärkt, dass er auf einem üblichen Strommesser angezeigt werden kann. Mit Hilfe eines Emissionsstromregelkreises wird der Heizstrom der direkt geheizten Kathode des Messsystems so geregelt, dass der emittierte Elektronenstrom auf 2 % genau konstant gehalten wird.

Abb. 11 Das originale Ionisationsvakuummeter nach Bayard und Alpert [12]: K Kathode; A Anodengitter; C Kollektor

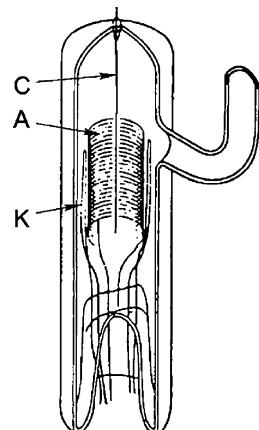


Abb. 12 Kommerziell erhältliches Ionisationsvakuummeter nach Bayard-Alpert: K Kathoden (2 gespannte Bandkathoden); A Anode; C zentraler Ionenfänger (Kollektor); G geerdetes Schutzgitter gegen Potenzialänderungen. Mit freundlicher Genehmigung der Granville-Phillips/ VACOM GmbH

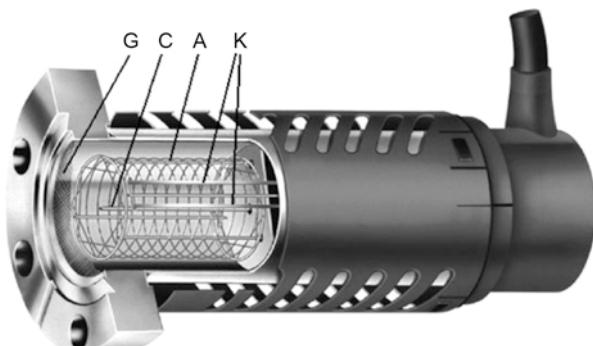
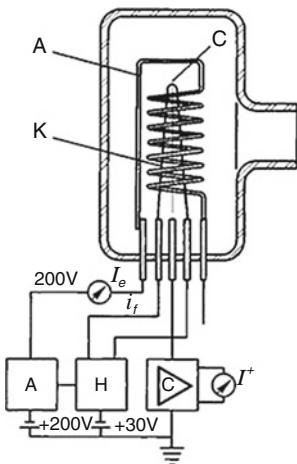


Abb. 13 Blockschaltbild zum Betrieb eines Emissionskathoden-Ionisationsvakuummeters. Elektrodensystem (K, A, C) nach Bayard-Alpert



Die Verwendung eines offenen Zylinders hat den Nachteil, dass Ionen entlang der Mittelachse des Zylinders entweichen können. Ionen, die innerhalb des Gitters erzeugt werden, erfahren durch das elektrische Feld eine Kraft zum Kollektor. Da jedoch gleichzeitig der Drehimpuls erhalten muss, können Ionen, die als Neutralteilchen genügend kinetische Energie in tangentialer Richtung besessen haben, um den Kollektor kreisen, ohne ihn zu treffen. Bei entsprechender zusätzlicher axialer Geschwindigkeitskomponente können sie auf diese Weise das Anoden-Gitter in axialer Richtung verlassen. Das Entweichen wird zusätzlich begünstigt, weil die elektrischen Feldlinien des offenen Gitters an den Enden eine starke axiale, vom Kollektor wegzeigende Richtung aufweisen. Die Verhinderung dieses Entweichens durch Stöße bei höheren Drücken führt zu dem in Abschn. 3.1 beschriebenen vorübergehenden Ansteigen der Vakuummeterkonstante (Abb. 6).

Um die Vakuummeterkonstante S zu erhöhen, wird daher das Anodengitter geschlossen. Andererseits wird bei geschlossenem Gitter oberhalb etwa 1 mPa eine Nichtlinearität des Ionenstroms mit dem Duck, vermutlich bedingt durch Raumladungseffekte, beobachtet, die bei offenem zylindrischen Gitter erst bei etwa 10 mPa einsetzt [16].

Um die untere Messbereichsgrenze zu noch kleineren Drücken zu verschieben, kann der Durchmesser des Kollektordrahtes vermindert werden. Von Oostrom [17] benutzte beispielsweise einen Draht von 4 μm Durchmesser. Der Nachteil der Durchmesserverkleinerung ist jedoch eine verminderte Vakuummeterkonstante bzw. Empfindlichkeit – aus demselben Grund der Drehimpulserhaltung, der oben beschrieben wurde.

Beim Betrieb von Bayard-Alpert-Messsystemen und Ionisationsvakuummetern generell können sich insbesondere bei der Messung niedriger Drücke Störreinflüsse bemerkbar machen, die in der Regel eine Druckanzeige zur Folge haben, die größer als der wahre Druck ist. Der druckunabhängige Reststrom [18–20] besteht im Allgemeinen nicht nur aus dem durch den Röntgeneffekt

hervorgerufenen Photoelektronenstrom (Abb. 14), sondern auch aus zusätzlichen Beiträgen anderer physikalischer (Stör-)Effekte [21–23]. Zu diesen zählen vor allem der sogenannte ESD-(Electron stimulated Desorption-)Effekt [24], das ist die Desorption positiver Ionen durch Aufprall von Elektronen auf einer festen Oberfläche. Im Falle des Ionisationsvakuummeters lösen die auf die Anode auftreffenden Elektronen dort positive Ionen aus, die auf den Ionenkollektor gelangen und so zum Reststrom I_0 beitragen. Jedoch sind auch negative Ströme auf dem Kollektor möglich, wenn der sogenannte inverse Röntgeneffekt dominiert (Abb. 14). Darüber hinaus spielt auch die Dissoziation von Gasteilchen an heißen Oberflächen (Abschn. 3.8) und die Gasabgabe von erhitzten Teilen des Messsystems eine wichtige Rolle.

Da das Anodengitter eine Oberfläche von etwa 10 cm^2 besitzt, kann die Zahl der darauf befindlichen Moleküle recht hoch sein (10^{16} Moleküle bei einer Monolage). Deswegen muss die Anode möglichst sauber sein: Das Anodengitter wird durch Elektronenbombardement nach Belüftungen oder Exposition auf hohe Drücke durch eine spezielle Ausheizprozedur (degas), die durch das Kontrollgerät aktiviert werden kann, gereinigt und der Elektronenstrom auf die Anode sollte nicht zu klein sein, damit sich das Vakuummeter kontinuierlich selbst reinigt.

Eine weitere Methode, die untere Messbereichsgrenze zu verkleinern, wurde von Redhead [25] vorgeschlagen. In dieser sogenannten Modulatormethode wird der Reststrom I_0 gemessen und vom Messsignal abgezogen. Dazu muss eine weitere Elektrode, genannt Modulator, im Gitterraum installiert werden. Gewöhnlich verwendet man einen Draht parallel zum Kollektor, nahe des zylindrischen Gitters.

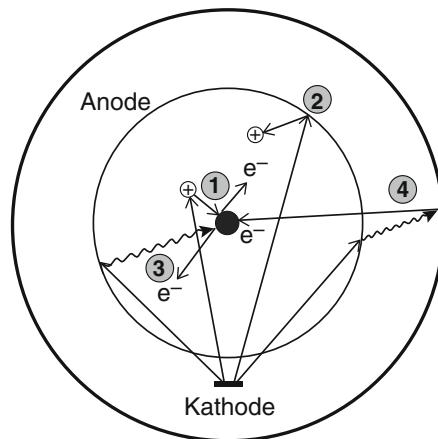


Abb. 14 Physikalische Effekte im Bayard-Alpert-Ionisationsvakuummeter (Kollektordraht in der Mitte): 1 Ionisation eines Gasteilchens durch ein Elektron und anschließendes Auslösen eines Sekundärelektrons beim Auftreffen des Ions auf den Kollektor. 2 Elektronenstimulierte Ionendesorption. 3 Röntgeneffekt; das durch Elektronenbeschuss auf der Anode entstandene Röntgenquant löst auf dem Kollektor ein Elektron aus. 4 Inverser Röntgeneffekt; Elektronen werden durch Röntgenquanten an der Wand ausgelöst und treffen den Kollektor (gleiches Potenzial wie Wand)

Wenn sich der Modulator auf Anodenpotenzial befindet, wird die Funktionsweise der Bayard-Alpert-Röhre kaum verändert. Es ist

$$I_1 = I_0 + I_G \quad (12)$$

wobei I_1 der gemessene Kollektorstrom, I_0 der Reststrom und I_G der Ionenstrom bedeutet.

Legt man jedoch ein stark negatives Potenzial von etwa -100 V an, so fliegen die meisten Ionen zum Modulator, so dass der Kollektorstrom auf

$$I_2 = I_0 + mI_G \quad (13)$$

sinkt ($m < 1$). Somit ist

$$I_G = \frac{I_1 - I_2}{1 - m} \quad (14)$$

und

$$I_0 = \frac{I_2 - mI_1}{1 - m} \quad (15)$$

Der Modulationsgrad m kann bei Drücken bestimmt werden, bei denen $I_G \gg I_0$.

Es zeigte sich jedoch, dass auch I_0 erheblich mit der Modulatorspannung verändert wurde, weil sich die Elektronentrajektorien änderten. Hobson [26] schätzte, dass dies einen Messfehler von $3 \cdot 10^{-10}$ Pa bewirkte. Weil somit trotz des zusätzlichen Aufwands keine wesentliche Veränderung der unteren Messbereichsgrenze erreicht werden konnte, führte diese Idee nicht zu einem kommerziellen Erfolg.

Um die Messbereichsgrenze weiter abzusenken, wurde stattdessen die Geometrie der Bayard-Alpert-Röhre zum Extraktionsvakuummeter verändert.

3.6 Extraktor-Ionisationsvakuummeter

Um den Röntgeneffekt weiter zu reduzieren, wird beim Extraktorprinzip der Kollektor in einem Raum untergebracht, der von dem Raum, in dem die Ionen und die Röntgenquanten entstehen, getrennt ist. In diesen separaten Kollektorraum müssen die Ionen extrahiert werden, woher der Name röhrt. Durch die räumliche Trennung wird die Zahl der Röntgenquanten, die den Kollektor treffen können, erheblich reduziert.

Abb. 15 zeigt das Schema eines Extraktors. Die zylinderförmige Anode ist im unteren Teil von einer ringförmigen Kathode umgeben. Am unteren Ende ist die Anode durch eine negative, auf Erdpotenzial befindliche Extraktionselektrode mit einer Öffnung begrenzt. In dem Raum unterhalb der Extraktionselektrode befindet sich ein kleiner drahtförmiger Ionenfänger, der von einer Reflektorelektrode, die sich auf dem Potenzial der Anode befindet, umgeben ist. Durch diese Elektrodenanordnung

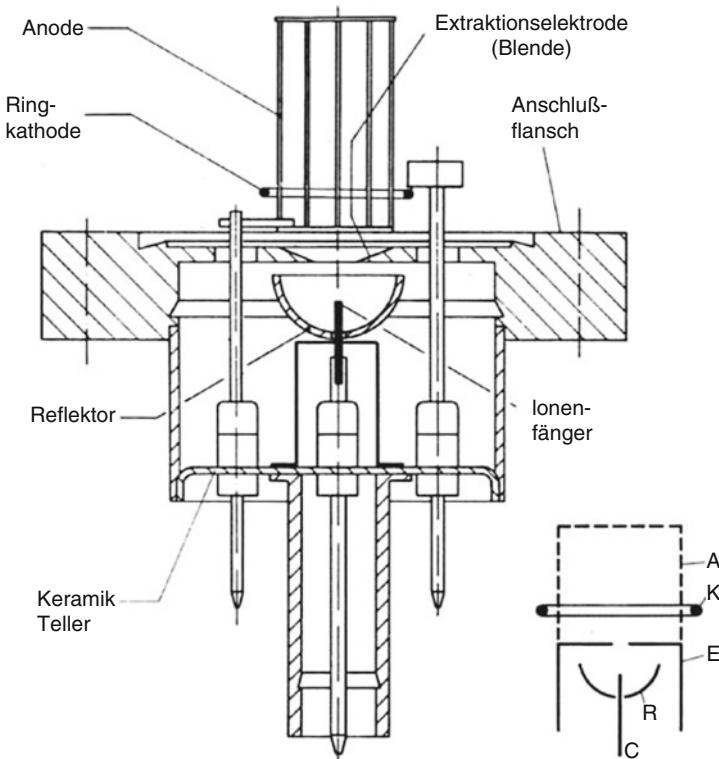


Abb. 15 Extraktor-Messsystem. Nebenfigur: A Anode (300 V); K Kathode (200 V); E Extraktionselektrode (0 V); R Reflektor (290 V); C Ionenkollektor (0 V)

wird bei richtiger Gestaltung erreicht, dass die innerhalb der Anode erzeugten Ionen durch die Extraktionselektrode auf den Ionenfänger fokussiert werden. Der Raumwinkel, unter dem an der Anode gebildete Photonen den Ionenfänger erreichen können, ist wesentlich kleiner als bei einem Bayard-Alpert-System. Der Röntgeneffekt entspricht einer Druckanzeige von etwa $1 \cdot 10^{-10}$ Pa. Die obere Grenze des Messbereichs liegt bei etwa 10^{-2} Pa.

Das Extraktorsystem ist nicht nur dann mit Vorteil einzusetzen, wenn es darum geht, Drücke unter 10^{-8} Pa zu messen, sondern auch für den Druckbereich unterhalb 10^{-6} Pa, weil die erwähnten Störeffekte bei diesem Vakuummetersystem sehr klein sind.

Helmer [27, 28] erweiterte das Prinzip der Extraktion, indem er eine 90° -Umlenkseinheit für die Ionen nach der Extraktionselektrode einführt (Abb. 16). Bei dieser Konstruktion besteht überhaupt keine Sichtverbindung mehr zwischen Anode und Kollektor, so dass das Auftreffen von Röntgenquanten auf dem Kollektor erneut stark vermindert wird.

Watanabe [29] verfeinerte Helmers Umlenkprinzip, indem er die Umlenkeinheit als Energiefilter benutzte. Ionen, die durch elektronenstimulierte Desorption am

Anodengitter erzeugt werden, haben eine etwas höhere Energie als Ionen, die im freien Raum des Anodengitters erzeugt werden. Der Grund ist die Raumladung der Elektronen innerhalb des Gitters.

Um diesen Raumladungseffekt zu verstärken, verwendete Watanabe (Abb. 17) ein sphärisches Anodengitter, in dessen Kugelmitte sich im Mittel eine größere Anzahl von Elektronen aufhält als am Kugelrand. Die Umlenkeinheit besteht in Watanabes Ionenspektroskopie-Vakuummeter (Ion Spectroscopy Gauge) aus einem

Abb. 16 Ionisationsvakuummeter nach Helmer [27]

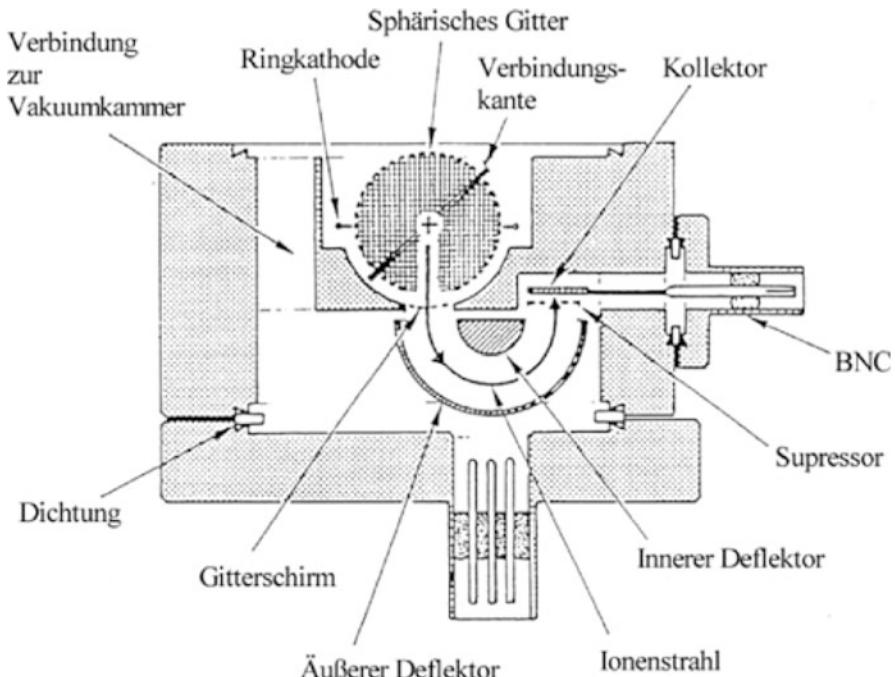
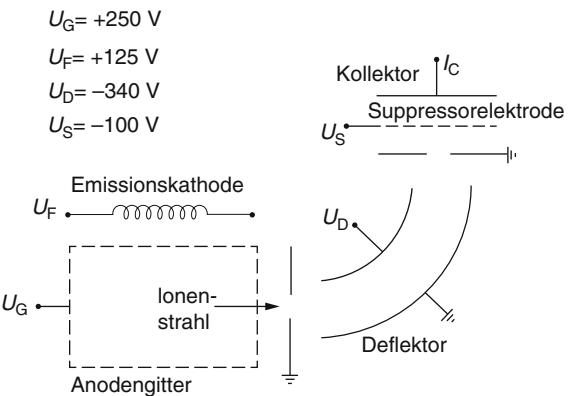


Abb. 17 Ionenspektroskopie-Röhre nach Watanabe [29]

hemisphärischen Deflektor, dessen innere Elektrode sich auf Erdpotenzial befindet und dessen äußeres Elektrodenpotenzial auf positivem Niveau variabel ist.

Abb. 18 zeigt, dass in diesem Vakuummeter Ionen aus der Gasphase von den Ionen, die durch elektronenstimulierte Desorption (ESD) erzeugt werden, unterschieden werden können. Die Teile des Ionenspektroskopie-Vakuummeters, die der Glühkathode benachbart sind, können durch direkte Stromheizung oder durch Elektronenbombardement ausgegast werden. Ansonsten wird das Ionenspektroskopie-Vakuummeter aus Materialien wie Kupfer oder Aluminium mit hoher Wärmeleitfähigkeit gefertigt, damit die Erwärmung und damit auch die Ausgasung (insbesondere von Wasserstoff) möglichst gering ist. Watanabe gab eine untere Messgrenze von $2 \cdot 10^{-12}$ Pa an.

Ein einfacheres, kommerziell auch erfolgreicheres Verfahren der Trennung von ESD-Ionen von solchen, die im freien Raum erzeugt wurden, ist das durch einen „Bessel box“ genannten Energieanalysator [30]. Dieser hat den Vorteil einer geradlinigen zylindersymmetrischen Anordnung, wodurch das Ionisationsvakuummeter platzsparender konstruiert werden kann (Abb. 19). Die Entwickler dieser Röhre haben ihr System „AxTran gauge“ (AXial symmetric TRANsmision gauge) genannt [31]. In Abhängigkeit von der Spannung V_{BE} können nur Ionen einer bestimmten Energie den Bessel-Analysator passieren und am SEV (Sekundärelektronenvervielfacher) detektiert werden. Durch Optimieren dieser Spannung können so die ESD-Ionen

Abb. 18 Energiespektrum der umgelenkten Ionen in der Ionenspektroskopie-Röhre nach Abb. 17

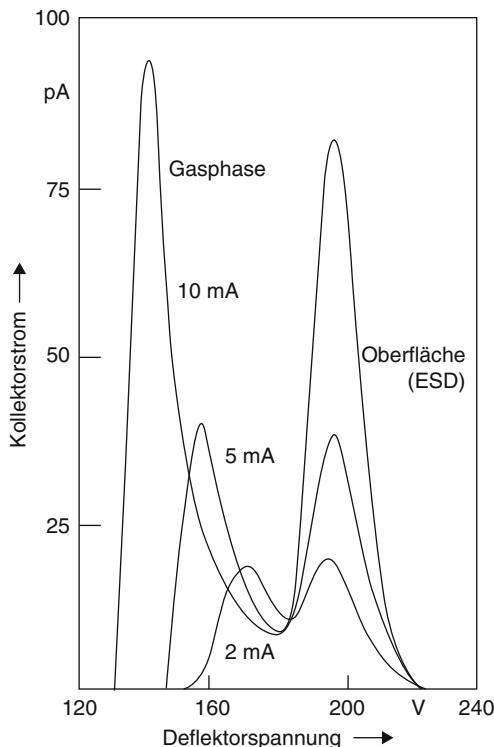
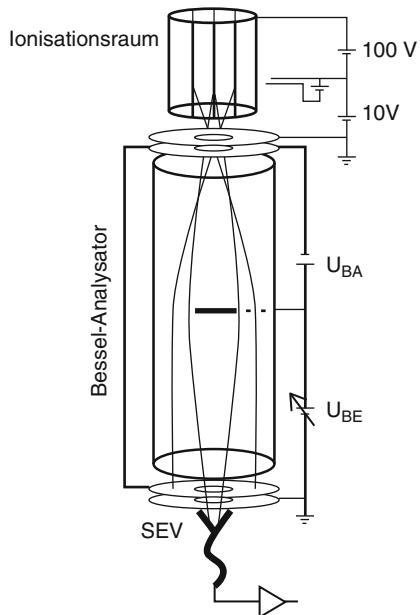


Abb. 19 Schema der „AxTran gauge“, welche ESD-Ionen und Röntgenquanten durch einen zylindersymmetrischen Energieanalysator (Bessel box) unterdrückt. Dieses Bild gibt den Spannungszustand V_{BE} wieder, in dem die ESD-Ionen vom Anodengitter (siehe Trajektorien im Bild) unterdrückt werden



unterdrückt werden. Die in der Mitte des Bessel-Analysators befindliche, auf Zylinderpotenzial liegende Scheibe verhindert eine direkte Sichtlinie für Photonen vom Anodengitter zum SEV und unterdrückt somit den Röntgeneffekt. Als untere Messbereichsgrenze wurden $3 \cdot 10^{-12}$ Pa (Stickstoffäquivalent) abgeschätzt [31], für das kommerziell erhältliche Gerät werden $5 \cdot 10^{-11}$ Pa angegeben [32].

3.7 Andere Glühkathoden-Ionisationsvakuummeter

Außer den beschriebenen Messsystemen sind noch zahlreiche andere Messsysteme entwickelt worden, die allerdings keine breitere Anwendung gefunden haben.

Lafferty [33] baute ein Ionisationsvakuummeter, in dem eine Glühkathode auf der Achse eines anodischen Zylindergitters angebracht wurde (Abb. 20). Ein ebenfalls axiales Magnetfeld zwingt die Elektronen auf eine kreisförmige Bahn, so dass deren mittlere Weglänge gegenüber einer Bayard-Alpert-Röhre um Größenordnungen erhöht ist. Der Emissionsstrom durfte $10 \mu\text{A}$ nicht überschreiten, um einen stabilen Betrieb zu gewährleisten. Für dieses Ionisationsvakuummeter wurde eine Röntgengrenze von $2 \cdot 10^{-12}$ Pa berechnet.

Für weitere Ionisationsvakuummeter beschränken wir uns auf eine Aufzählung: Suppressor-System nach *Schuemann* [34], Orbitron-System (besonders lange Elektronenwege) [35], Magnetron-Vakuummeter mit Glühkathode nach *Lafferty* [36].

Diese und noch weitere Messsysteme wurden vor allem zur Messung extrem niedriger Drücke ($< 10^{-8}$ Pa) entwickelt [37–44].

3.8 Betriebshinweise für Emissionskathoden-Ionisationsvakuummeter

Aus vakuumphysikalischer Sicht sind heiße Glühkathoden „chemische Fabriken“. Abb. 21 zeigt wichtige Reaktionskanäle an einer 2000 °C heißen Wolframkathode. Im Vakuumsystem vorhandener Wasserdampf und Kohlenwasserstoffe liefern Wasserstoff, Kohlenstoff und Sauerstoff. Auch aus der Wolframkathode selbst diffundiert Kohlenstoff als Verunreinigung aus. Ein Ionisationsvakuummeter kann auf diese Weise selbst Restgase erzeugen und das Vakuum verunreinigen.

Abb. 20 Lafferty-Röhre [33]

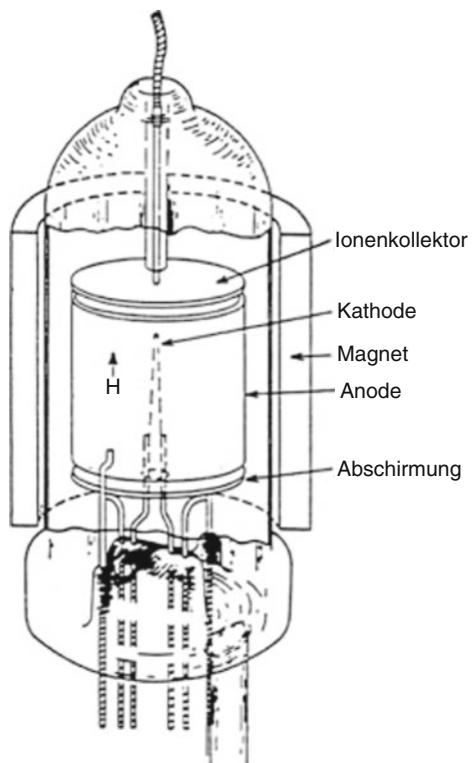
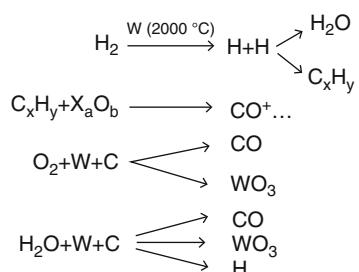


Abb. 21 Reaktionskanäle an einer 2000 °C heißen Wolframkathode im Hochvakuum



Wenn die Emissionskathode aus Wolfram besteht, muss sie gegen den Betrieb bei zu hohen Drücken (>1 Pa) geschützt werden, da andernfalls bei Betrieb in sauerstoffhaltigen Gasen die Gefahr des Durchbrennens des W-Fadens besteht. Viele Betriebsgeräte haben eine entsprechende Schutzschaltung eingebaut. Die Schutzschaltung besteht darin, dass die Kathodenheizung abgeschaltet wird, wenn der jeweils eingeschaltete Messbereich bzw. der erlaubte Maximaldruck überschritten wird.

Zur Verringerung der in diesem und den vorhergehenden Abschnitten genannten Störeinflüsse (ESD, Reaktionen an der Glühkathode, Sekundärlektronen usw.) muss das Messsystem entgast (degas) werden. Das Ausheizen erfolgt meist durch Betätigen eines entsprechend eingestellten Drucktastenschalters. Dabei wird die Anode durch Elektronenbombardement erhitzt und so von Verunreinigungen (adsorbierten Schichten) gereinigt. Es gibt auch Geräte, bei denen das Ausheizen durch Erhitzen der Anode durch direkten Stromdurchgang erfolgt.

Handelsübliche Geräte sind mit automatischer Messbereichsumschaltung ausgerüstet, verfügen über digitale Messwert- und Messbereichsanzeigen und sind mit einem Druckschaltgerät versehen, dessen Schaltpunkte einstellbar sind. Neben dem linearen Messbereich kann oft auch ein logarithmischer hinzugefügt werden. Bei manchen Anwendungen ist es auch von Interesse, den Emissionsstrom stufenweise veränderbar zu machen, beispielsweise von 0,1 mA auf 1 mA und 10 mA.

Kompakte Transmitterröhren erzeugen heute einen Spannungsausgang 0 V–10 V ohne zusätzliches Betriebsgerät. Je 1 V entspricht einer Druckdekade.

Oft wird ein Ionisationsvakuummeter auch mit einem Messgerät für den höheren Druckbereich, beispielsweise einem Wärmeleitungsvakuummeter, kombiniert.

Warnung: Befindet sich in einem *nicht geerdeten* Metall-Vakuumgefäß eine Elektrode, die auf Spannung (>100 V) gegen Erde liegt und ist der Druck im Gefäß größer als etwa 0,1 Pa, so kann bei *Erdung* des Gefäßes im Gefäß eine Entladung zünden. Die Zündung wird begünstigt durch die Vor-Ionisation zwischen einer Glühkathode und zugehöriger Anode (z. B. im Ionisationsvakuummeter). Wird die Erdung durch den menschlichen Körper (Berühren) hergestellt, so kann der Berührende durch den durch ihn fließenden elektrischen Strom zu Schaden kommen. Die Gerätehersteller versuchen, solche Schäden durch entsprechenden Aufbau der Geräte so klein und so selten wie möglich zu halten. Völlig vermieden können solche Schäden nur dann werden, wenn sich der Experimentator oder Betreiber den genannten Tatsachen stets bewusst ist und seine Anlage elektrisch dementsprechend aufbaut und betreibt [45].

4 Ionisationsvakuummeter mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern

4.1 Penning-Vakuummeter

Das Arbeitsprinzip dieser Messgeräte für niedrige Drücke besteht darin, dass zwischen zwei Metallektroden (Anode, Kathode) durch Anlegen einer hinreichend hohen Gleichspannung (Größenordnung Kilovolt) eine Gasentladung gezündet

wird. Der Gasentladungsstrom ist druckabhängig und dient als Messgröße. Die untere Messgrenze liegt, wenn keine zusätzlichen Maßnahmen getroffen werden, aber nur bei etwa 1 Pa. Bei niedrigeren Drücken wird infolge der geringen Teilchenanzahl dichte die Trägererzeugung zu klein, um die Gasentladung aufrechterhalten zu können. Ordnet man aber ein Magnetfeld hinreichender Stärke so an, dass der Weg der Elektronen von der Kathode zur Anode durch Ausbildung von Spiralbahnen wesentlich verlängert wird, was zu einer höheren Ionenausbeute führt, so kann man erreichen, dass die Entladung auch bis zu sehr niedrigen Drücken brennen kann (sogenannte Penning-Entladung). Die Ionen bleiben aufgrund ihrer großen Masse im Wesentlichen vom Magnetfeld unbeeinflusst und fliegen direkt zur Kathode. Sekundärelektronen, die beim Auftreffen der Ionen auf der Kathode entstehen, unterstützen die Entladung. Der Entladungsstrom I ist in weiten Grenzen ein Maß für den Druck p :

$$p = K I^m \quad (16)$$

Der Exponent m hängt von der genauen Ausbildung des Messgeräts ab und beträgt $m = 1-1,4$.

Anhand von Abb. 22 und 23 sei die Wirkungsweise eines Penning-Vakuummeters im Einzelnen erläutert: Die in einem Hochspannungsgerät HV erzeugte Gleichspannung von beispielsweise 3 kV wird über einen Vorwiderstand R an die ringförmige Anode AR des Penning-Messsystems P angelegt. Das Gehäuse G der Penning-Röhre besteht aus Metall und ist geerdet. Die beiden Wandflächen parallel zum Anodenring AR bilden die Kathoden K. Das Magnetfeld \vec{B} ist so angeordnet, dass seine Feldlinien von Kathode zu Kathode durch den Anodenring verlaufen. Der Entladungsstrom I wird über das Amperemeter A gemessen. Besondere Maßnahmen müssen getroffen werden, um zu verhindern, dass Isolationsströme zwischen Anode und Kathode fließen, da diese vom Anzeigegerät mitgemessen werden.

Durch den Vorwiderstand R (einige $M\Omega$) wird unter anderem auch der Entladungsstrom, insbesondere bei hohen Drücken, begrenzt.

Abb. 24 zeigt eine typische Kalibrierkurve für ein Penning-Vakuummeter im Bereich von 10^{-8} mbar–1 mbar (10^{-6} Pa–100 Pa). An der Kalibrierkurve kann

Abb. 22 Penning-Vakuummeter, Schema: AR Ringförmige Anode; K Kathodenbleche; G Gehäusewand, Isolator; N, S Polschuh eines Magneten; HV Hochspannungsgerät; $U_H \approx 3000$ V, $B \approx 0,1$ T–0,2 T

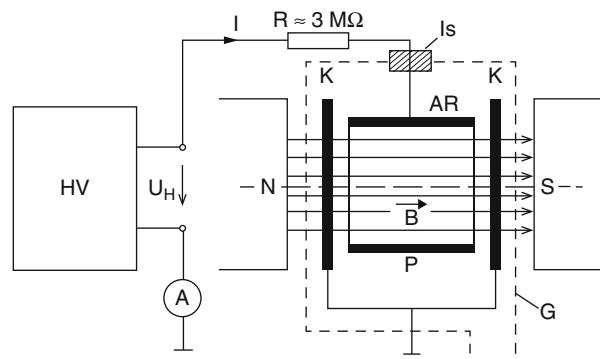


Abb. 23 Schema der Richtungen (nicht der Stärken) des elektrischen Feldes in einem Penning-Vakuummeter nach Abb. 22. Grauer Bereich: Elektronenraumladung

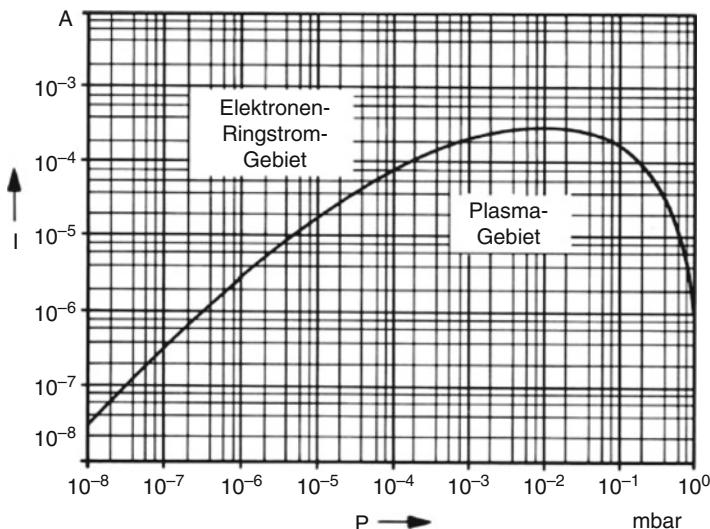
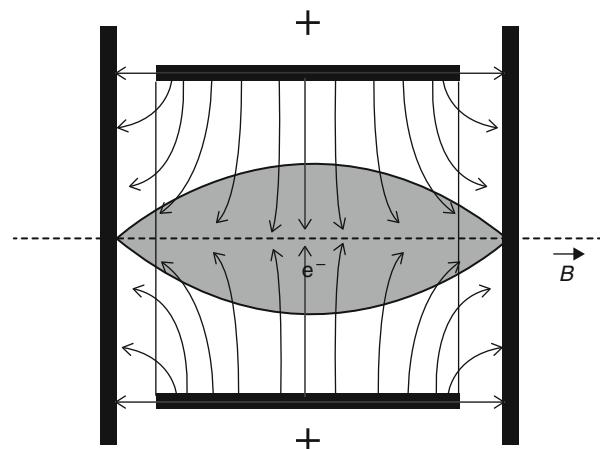


Abb. 24 Typische Kalibrierkurve eines Penning-Vakuummeters. I = Entladungsstrom, p = Druck. Im linearen Teil bei niedrigen Drücken ist die Empfindlichkeit $K \approx 3 \text{ A/mbar}$. Übergang Elektronenringstrom zum Plasma bei $p = 10^{-2} \text{ Pa}$ (10^{-4} mbar)

man erkennen, dass offensichtlich zwei verschiedene Entladungsmechanismen auftreten, wobei der Übergang bei etwa 10^{-4} mbar (10^{-2} Pa) liegt. Wie in Abb. 24 angegeben, ist die Entladung bei niedrigen Drücken durch einen negativen Ringstrom, bei höheren Drücken durch ein Plasma gekennzeichnet. In jedem Fall ist für den Entladungsmechanismus das Magnetfeld ($B \approx 0,1 \text{ T}-0,2 \text{ T}$) von entscheidender Bedeutung, weil es die Bewegung der Elektronen senkrecht zu den Feldlinien, also zur Anode hin (vgl. Abb. 22), stark behindert. Bei niedrigen Drücken bildet sich

nach Knauer [46, 47] (vgl. Abb. 25, in dem typische Werte angegeben sind) konzentrisch zur Achse des Anodenzyinders eine rotierende Elektronenraumladding, also ein Ringstrom der Größenordnung 1 A aus (grauer Bereich in Abb. 23). Zwischen der Anode und dieser Raumladung herrscht ein starkes elektrisches Feld, an dem fast die gesamte an den Elektroden liegende Spannung der Größenordnung 3 kV abfällt. Durch diese Raumladung bekommt das elektrische Feld eine erhebliche Verstärkung der radialen Komponente (Abb. 23).

Innerhalb des Raumladungsringes befindet sich ein Plasma P mit gleichen, sehr kleinen Anzahldichten der Ionen und Elektronen. Sein Potenzial liegt nur wenige hundert Volt höher als das Kathodenpotenzial, für den Entladungsmechanismus ist es von untergeordneter Bedeutung. Die Elektronen im Ringstrom führen unter dem Einfluss der gekreuzten Felder Zykloidenbahnen aus und können nur durch Stöße mit Gasatomen schrittweise zur Anode gelangen. Die Diffusion der Elektronen nach außen ist also ein durch das Magnetfeld stark behinderter Prozess. Im gasfreien Raum würde der Ringstrom beliebig lange aufrechterhalten werden. Sind Gasatome im Raum vorhanden, so können neben den genannten die Diffusion bewirkenden Stößen auch ionisierende Stöße stattfinden. Dabei werden ein Elektron und ein Ion gebildet. Das Elektron wird in die Raumladungswolke, den Ringstrom, inkorporiert, das Ion hingegen wird durch das Feld E nach innen beschleunigt. Im Gegensatz zu den Elektronen, deren Bahnradius im kombinierten elektrischen und magnetischen Feld von der Größenordnung 0,1 mm ist, ist derjenige der Ionen um das Verhältnis Ionenmasse durch Elektronenmasse größer und ist somit von der Größenordnung Meter. Die Ionen gelangen daher schnell zur Kathode. Da nun die Anzahl der in der Zeiteinheit gebildeten Ionen (die Ionisierungsrate) ebenso wie der Diffusionskoeffizient quer zum Magnetfeld proportional zur Gasdichte n sind, kann sich ein Gleichgewicht zwischen Trägererzeugung (durch Ionisierung) und Trägerverlust (durch Diffusion) im Ringstrom derart einstellen, dass die Elektronendichte im Ringstrom

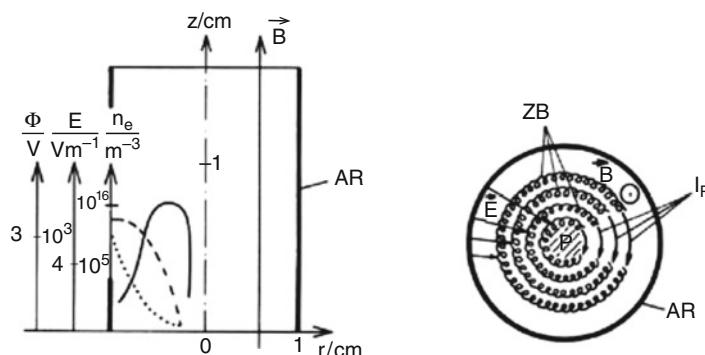


Abb. 25 Mechanismus der Penning-Entladung bei niedrigen Drücken ($p < 10^{-4}$ mbar) nach Knauer [45, 46]: AR = Anode, B = Magnetfeld, E = Elektrisches Feld, I_R = Elektronenringstrom (etwa 1 A). ZB: Zykloidenbahnen der Elektronen. E = Elektrische Feldstärke, Φ = Potenzial, n_e = Elektronendichte als Funktion von r ; typische Werte. P = Plasma; Rollkreisradius der Zykloidenbahnen der Elektronen $r \approx 10^{-4}$ m

I_R und damit I_R annähernd unabhängig von n konstant bleiben. Damit wird der äußere Strom im gesamten Druckbereich $p < 10^{-2}$ Pa bis herunter zu 10^{-11} Pa proportional zu n und somit proportional zum Druck p . Die Tatsache, dass der Ringstrom, beziehungsweise die axiale Raumladung, doch leicht mit n wächst, äußert sich darin, dass $m > 1$ in Gl. 16.

Der Ringstrom übernimmt in einem solchen Penning-System die gleiche Funktion wie der Elektronenstrom in einem Glühkathoden-Ionisationsvakuummeter. Die Empfindlichkeit ist wesentlich größer, weil die Elektronenstromstärke höher ist. Typisch für Penning-Systeme dieser Art ist eine Empfindlichkeit von 0,02 A/Pa–0,05 A/Pa bei Drücken unter 0,01 Pa. Penningzellen für Ionenzerstäuberpumpen (► Abschn. 2.1 in Kap. 21, „Aktive Sorptionspumpen“) können bis zu 0,1 A/Pa optimiert werden.

Nach niedrigeren Drücken hin bleibt diese Empfindlichkeit erhalten solange der Ringstrom erhalten bleibt. Es ist offensichtlich so, dass für die Aufrechterhaltung des Ringstroms ein zusätzlicher Nachschub an Elektronen durch die Auslösung von Elektronen aus den Kathoden notwendig ist. Andernfalls verarmt der Ringstrom und verlöscht mit abnehmendem Druck. Je nach Geometrie, magnetischer und elektrischer Feldstärke kann man solche Entladungen bis zu Drücken weit unter 10^{-9} Pa aufrechterhalten.

Ionenzerstäuberpumpen arbeiten nach dem gleichen Prinzip, ihr Saugvermögen bei niedrigen Drücken hängt davon ab, ob es gelingt, den Entladungsmechanismus aufrechtzuerhalten.

Bei Drücken $p > 10^{-2}$ Pa– 10^{-1} Pa wird die positive Trägerdichte im Ringstrom so groß, dass die oben beschriebene Entladungsform nicht mehr stabil bleibt. Im ganzen Anodenzyylinder bildet sich ein ungefähr äquipotenziales Plasma aus, das nunmehr für den Entladungsmechanismus bestimmt ist. Sein Potenzial liegt zwischen dem von Kathode und Anode. Gegen beide Elektroden ist es durch Raumladungsschichten abgegrenzt. In der Kathodenschicht werden die Ionen des Plasmas auf die Kathoden beschleunigt, lösen dort Elektronen aus und sorgen für die Nachlieferung der Elektronen – und damit der ionisierenden Träger –, die durch Diffusion quer zum Magnetfeld aus dem Plasma an die Anode verloren gegangen sind. Dieser Diffusionsprozess wird bei diesem Mechanismus durch Fluktuationen (Schwingungen im Plasma) verstärkt. Ohne solche diffusionsfördernde Prozesse könnten die großen Ströme durch solche Entladungen nicht verstanden werden [48]. In diesem Druckbereich sind Entladungsstrom und Druck nicht mehr proportional (Abb. 24). Da die Elektronenauslösung beim Ionenstoß von der Beschaffenheit der Kathodenoberfläche abhängt, ist die Anzeige eines solchen Penning-Vakuumeters im Bereich höherer Drücke vom Zustand der Kathodenoberflächen abhängig. Es kann deshalb notwendig sein, die Kathoden häufiger zu reinigen. Dem wird im Allgemeinen dadurch Rechnung getragen, dass die Kathoden aus zwei dünnen Edelstahlblechen bestehen, die zum Zwecke der Reinigung ausgetauscht werden können.

Der Vorteil von Penning-Vakuummetern liegt vor allen Dingen darin, dass der Entladungsstrom in einem Penning-System so groß ist, dass die Strommessung mit einem empfindlichen Amperemeter bis in den Druckbereich von 10^{-4} Pa ohne Verstärker möglich ist (siehe auch Abb. 24). Ein solches Penning-Vakuummeter ist damit preiswerter und problemloser als ein Ionisationsvakuummeter mit emissiver

Kathode. Das Penning-Vakuummeter wird vorzugsweise immer dann verwendet, wenn es darum geht, den Druck in einem Vakuumsystem eher zu kontrollieren als genau zu messen und einfache Steuerungsaufgaben zu lösen. Abb. 26 zeigt eine Ganzmetall-Messröhre. Anode und Kathodenblech können zum Reinigen herausgezogen werden. Um die oben erwähnte mögliche Verschmutzungsanfälligkeit zu reduzieren, sollten Penning-Systeme durch eine Dampfsperre, wie sie in Abb. 27 dargestellt ist, geschützt werden.

Eine Erweiterung des in Abb. 24 angegebenen Messbereichs nach niedrigeren Drücken ist bei Verwendung solcher Penning-Messsysteme möglich; das Versorgungsgerät muss dann durch einen zusätzlichen Verstärker ergänzt werden, der eine vorzugsweise logarithmische Charakteristik haben sollte.

Man erhält dann eine ungefähr logarithmisch geteilte Druckskala über den Messbereich von 10^{-7} Pa– 10^{-2} Pa. Penning-Vakuummeter bieten sehr große Vorteile, wenn sie mit einem Wärmeleitungsvakuummeter kombiniert werden. Der Vorteil liegt darin, dass das Wärmeleitungsvakuummeter die Penning-Messstelle in der Weise steuert, dass sie bei Unterschreiten eines Drucks von 0,5 Pa eingeschaltet und bei Überschreiten dieses Drucks wieder abgeschaltet wird. Dadurch erreicht man eine kontinuierliche Druckanzeige von 10^{-4} Pa–100 kPa und verhindert eine Fehlbedienung des Penning-Vakuummeters, die – wie die Kalibrierkurve Abb. 24 zeigt – dann auftritt wenn das Penning-System bei Drücken über 1 Pa betrieben wird, weil der Entladungsstrom in diesem Druckbereich wieder kleiner und damit die Druckanzeige zweideutig wird.

Abb. 26 Penning-Messzelle.

Mit freundlicher
Genehmigung der
INFICON AG



4.1.1 Magnetron und invertiertes Magnetron

Um die Entladung zu stabilisieren und die Starteigenschaften zu verbessern, wurde von Redhead das Magnetron [49] und von Hobson und Redhead das invertierte Magnetron [50] entwickelt.

Im Magnetron ist die Anode ein offener Zylinder, die Kathode bildet die Achse und schließt den Zylinder durch Endflächen ab (Abb. 28). Beim invertierten Magnetron (Abb. 29) ist die Anode ein Stab auf der Achse eines fast geschlossenen Zylinders als Kathode. Beim Magnetron werden die Endplatten von den hohen

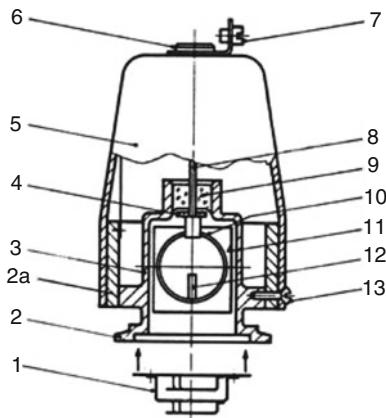


Abb. 27 Schnitt durch eine Penning-Vakuummeterröhre: 1 Dampfsperre mit Zentrierung, herausgezogen; 2 Kleinflansch – Vakuumanschluss; 2a Permanentmagnet; 3 Gehäuse; 4 Schutzblech für Isolator 9; 5 Abdeckhaube; 6 Anschlussbuchse für Betriebs-Hochspannung; 7 Anschluss für Schutzerde; 8 Anodenzuführung; 9 Druckglaseinschmelzung; 10 Ringanode; 11 Kathodenblech; 12 Zündstift; 13 Befestigungsschraube für Abdeckung 5

Abb. 28 Schema des Magnetron nach Redhead [49]

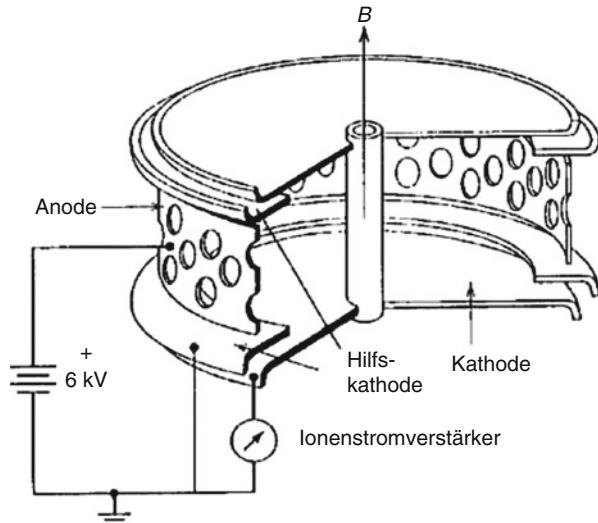
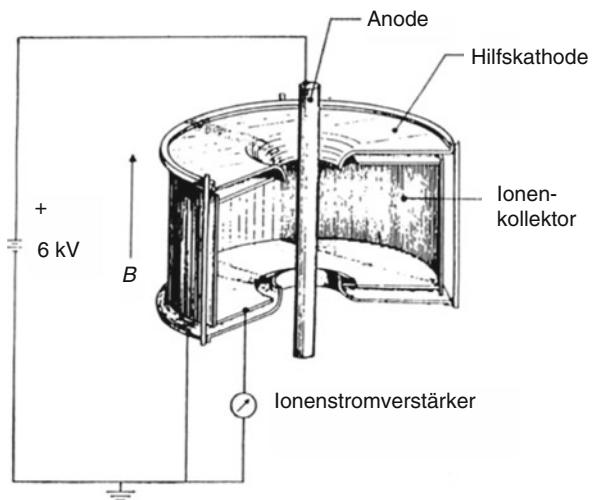


Abb. 29 Invertiertes Magnetron nach Hobson und Redhead [50]



elektrischen Feldern durch zwei Ringe auf Kathodenpotenzial abgeschirmt. Feldemissionsströme von diesen Ringen werden vom Ionenstromverstärker nicht gemessen.

Beim invertierten Magnetron verhindern ringförmige Schirmelektroden, dass Feldemissionsströme von der Kathode zur Anode gelangen können. Die Richtung des magnetischen Feldes verläuft parallel zur Anode. Dieses Ionisationsvakuummeter kann bis 6 kV und 0,2 T betrieben werden.

In diesen beiden Typen von Ionisationsvakuummetern mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern werden die Elektronen besser eingefangen als beim Penning-Typ. Dadurch sind die Starteigenschaften verbessert, die Abhängigkeiten von p , B , U folgen eher den theoretischen Voraussagen und die Entladung ist bis zu wesentlich kleineren Drücken stabil. Redhead und Hobson gaben für ihre Ionisationsvakuummeter einen nutzbaren Bereich von 10^{-11} Pa bis 10^{-2} Pa an.

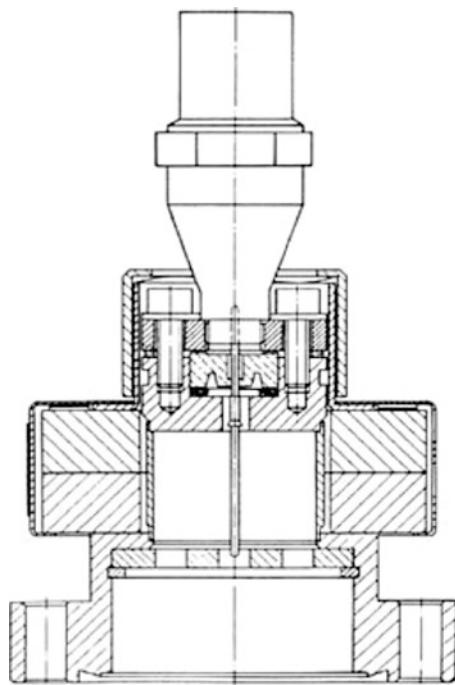
Auch bei diesen Ionisationsvakuummetern gilt Gl. 16, m ist jedoch abhängig vom Druck, was genaue Messungen erschwert. In der Regel ist m für höhere Drücke größer als bei kleineren, so dass, wenn in den Anzeigegeräten die Funktion $p(I)$ bzw. m von höheren Drücken zu niedrigeren extrapoliert wird, das Ionisationsvakuummeter bei kleineren Drücken einen kleineren Druck als tatsächlich vorhanden anzeigt. Dieser Fehler kann bei 10^{-10} Pa Anzeige ohne Weiteres eine ganze Größenordnung ausmachen.

Das Schema eines neueren invertierten Magnetrons ist in Abb. 30 gezeigt.

5 Vergleichende Betrachtung zwischen den beiden Arten von Ionisationsvakuummetern

Ionisationsvakuummetter mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern haben den grundsätzlichen Vorteil, dass sie keine messtechnisch relevante Röntgengrenze besitzen und auch die elektronenstimulierte Desorption vernachlässigbar ist. Durch

Abb. 30 Invertiertes Magnetron IKR020 der Fa. INFICON. Mit freundlicher Genehmigung der INFICON AG



ihr starkes intensives Magnetfeld sind sie weniger empfindlich auf äußere Magnetfelder (z. B. von Feldern aus Ablenkmagneten in Beschleunigern) als Ionisationsvakuummeter mit Emissionskathode. Äußere Magnetfelder können sogar für Ionisationsvakuummeter mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern genutzt werden.

Andererseits kann das interne Magnetfeld des Ionisationsvakuummeters mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern auch stören, z. B. die Elektronenoptik in Elektronenmikroskopen, so dass abgeschirmt werden muss.

Ionisationsvakuummeter mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern haben vier grundsätzliche Nachteile:

- Das Messsignal (der Entladungsstrom) ändert sich nicht streng linear mit dem Druck.
- Die stark negative Raumladung führt leicht zu Instabilitäten der Entladung, die dynamischer Art sind (Hochfrequenzoszillationen, Modensprünge).
- Sie sind anfällig gegen Verschmutzungen aus industriellen Prozessen.
- Sie pumpen. Das Saugvermögen ist im Allgemeinen ein bis zwei Größenordnungen größer als bei Ionisationsvakuummeter mit Emissionskathode (Tab. 1).

Letztere Tatsache bedeutet, dass das Messgerät die zu messende Größe selbst verfälscht.

Tab. 1 Veröffentlichte Saugvermögen einiger Ionisationsvakuummeter mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern

Typ	Gasart	Saugvermögen in L/s	Publikation
Penning	Luft	0,25	[51]
Magnetron	Helium	0,17	[52]
	Stickstoff	0,25	
Magnetron	Helium	0,2	[53]
	Stickstoff	0,14	
	Sauerstoff	0,15	
Invertiertes Magnetron	Helium	0,03	[54, 55]

Das Problem, dass Ionisationsvakuummeter mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern bei niedrigen Drücken gar nicht oder mit größerer Zeitverzögerung starten, ist in den meisten heutigen Magnetrons oder invertierten Magnetrons gelöst, z. B. mit einer eingebauten, schwachen radioaktiven Quelle.

Ionisationsvakuummeter mit Emissionskathode werden bevorzugt, wenn genaue Messungen (Messunsicherheit $<10\%$) erforderlich sind. Aufgrund der besseren Linearität des Messsignals mit dem Druck sind sie als Referenznormale geeignet. Ihre Vakuummeterkonstante kann auch gut durch Vergleich mit einem Gasreibungs-vakuummeter zwischen 10^{-3} Pa und 10^{-2} Pa ermittelt werden.

Es hat sich allerdings gezeigt, dass auch Magnetrons oder invertierte Magnetrons unter sauberen Vakuumbedingungen als Referenznormale dienen können, da die Kennlinie $I(p)$ reproduzierbar und langzeitstabil ist [56]. Für Wasserstoff als Kalibriergas scheinen sie sogar besser geeignet als Ionisationsvakuummeter mit Emissionskathode.

Ein weiterer Vorteil der Ionisationsvakuummeter mit Emissionskathode ist ihre geringere Verschmutzungsanfälligkeit. Dies ist besonders bei Prozessen in der Halbleiterindustrie von Bedeutung. Durch Elektronenbombardement oder direkten Stromdurchgang können die wesentlichen Teile des Ionisationsvakuummeters gereinigt werden. Ein hoher Emissionsstrom während des Betriebs verstärkt den Selbst-reinigungseffekt.

Tab. 2 gibt einen Überblick über Vor- und Nachteile der beiden Arten von Ionisationsvakuummetern.

6 Allgemeine Hinweise

Alle Ionisationsvakuummeter sind in ihrer Anzeige von der Gasart abhängig. Diese Gasartabhängigkeit kann man, wenn man Gasart und Gaszusammensetzung kennt, durch Multiplikation des angezeigten Druckwerts mit dem in Tab. 3 eingetragenen Korrekturfaktor berücksichtigen. Diese Faktoren wurden zunächst für die Korrekturen von Glühkathoden-Ionisationsvakuummetern bestimmt. Sie sind jedoch im Rahmen der Messgenauigkeit von Penning-Vakuummetern auch für diese gültig.

Tab. 2 Vergleichende Betrachtung der Ionisationsvakuummeter mit Emissionskathode und gekreuzten elektromagnetischen Feldern

Kriterium	Ionisationsvakuummeter mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern	Ionisationsvakuummeter mit Emissionskathode
Störung durch Saugvermögen	hoch	gering
Genauigkeit, Stabilität	mäßig	gut
Größe, mechanische Stabilität	gut	mäßig
Empfindlichkeit auf äußeres Magnetfeld	gering	hoch
Erzeugt Magnetfeld im Außenraum	ja	nein
Verschmutzungsanfälligkeit	hoch	mittel
Einschaltprobleme	kommen vor	keine
Röntgengrenze	keine	10^{-10} Pa – 10^{-6} Pa
Elektronenstimulierte Desorption	vernachlässigbar	vorhanden, gasartabhängig
Preis	niedrig	hoch

Tab. 3 Korrekturfaktoren KF zur Berücksichtigung der Abhängigkeit der Druckanzeige p_{ind} von auf Stickstoff eingestellte Ionisationsvakuummeter von der Gasart $p = p_{\text{ind}} \cdot \text{KF}$. Für Gasgemische mit den relativen Stoffmengenanteilen χ_i gilt $\frac{1}{\text{KF}} = \sum_i \chi_i \frac{1}{\text{KF}_i}$. Die Abweichungen von den angegebenen KF-Werten können bis zu 20 % betragen

Gasart	KF(N ₂)
N ₂	1,00
He	7,24
Ne	4,55
Ar	0,85
Kr	0,59
Xe	0,41
H ₂	2,49
O ₂	1,07
Luft	1,02
CO	0,97
CO ₂	0,70
I	0,17
CH ₄	0,71
C ₂ H ₆	0,37
C ₃ H ₈	0,22
CF ₂ Cl ₂	0,36
Öldämpfe	0,1

Beispiel 25.1

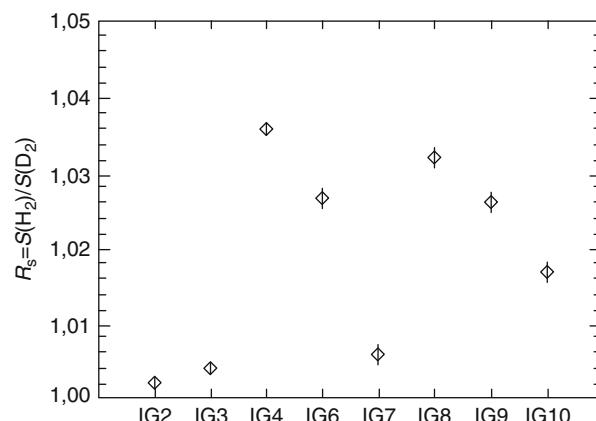
Der Druck eines Gasgemisches bei 23 °C, bestehend aus 70 % Argon und 30 % Helium, betrage $1 \cdot 10^{-2}$ Pa. Welcher Druck wird von einem Bayard-Alpert-System angezeigt, wenn dessen Anzeige auf Stickstoff kalibriert ist? Das Gasgemisch besteht aus $7 \cdot 10^{-3}$ Pa Argon und $3 \cdot 10^{-3}$ Pa Helium. Für Argon zeigt somit das Ionsationsvakuummeter $7 \cdot 10^{-3}/0,85$ Pa = $8,4 \cdot 10^{-3}$ Pa an, für Helium $3 \cdot 10^{-3}/7,24$ Pa = $4,1 \cdot 10^{-4}$ Pa, insgesamt also $8,8 \cdot 10^{-3}$ Pa.

Man sollte den Werten in Tab. 3 jedoch keine zu hohe Genauigkeit beimessen. Denn die differenzielle Ionisationswahrscheinlichkeit, die zu diesen Faktoren führt, hängt von der Anodenspannung ab, aber es gibt auch andere Messgerät-spezifische Abhängigkeiten wie die Ioneneinfangwahrscheinlichkeit, Dissoziationseffekte und Sekundärlelektronenerzeugung. Die Abweichungen von den in Tab. 3 angegebenen relativen Faktoren können bei einzelnen Gasen bis zu 20 % betragen. Wenn größere Genauigkeit gefordert ist, muss das Vakuummeter für das spezifische Gas kalibriert werden.

Als Beispiel, welche Effekte auftreten können, sei auf Abb. 31 verwiesen. Hier ist das Verhältnis der Vakuummeterkonstante für Wasserstoff zu Deuterium für verschiedene Ionisationsvakuummeter gezeigt [57]. Da die elektronische Struktur von Wasserstoff und Deuterium für die Elektronenenergie in einem Ionisationsvakuummeter gleich ist, müsste das Verhältnis der Vakuummeterkonstante 1 sein. Dies ist jedoch offensichtlich nur in einigen Fällen näherungsweise so. Darüber hinaus ändert sich das Verhältnis sogar für eine und dieselbe Röhre, je nach Vorgeschichte. Dies ist recht überraschend, weil ja weder die Geometrie noch die Spannungen geändert werden.

Der Grund für die unterschiedliche Empfindlichkeit für Wasserstoff und Deuterium ist, dass Wasserstoff wegen seiner kleineren Masse und höheren Geschwindigkeit im gleichen elektrischen Feld eine größere Zahl von Sekundärelektronen erzeugt als Deuterium. Die Ausbeute von Sekundärelektronen am Kollektor hängt stark von seiner Oberflächenbeschaffenheit ab, so dass erklärt ist, dass sich das Verhältnis $S(H_2)/S(D_2)$ ändern kann. Wenn die Sekundärelektronen vollständig unterdrückt werden, wird das Verhältnis 1 [57].

Abb. 31 Das Verhältnis der Vakuummeterkonstante für Wasserstoff/Deuterium für verschiedene Emissionskathoden-Ionisationsvakuummeter [57]



Bezüglich der Gasartabhängigkeit der Druckanzeige sei auf eine gewisse Problematik bei Kombinationsvakuummetern aus Wärmeleitungsvakuummetern und Ionisationsvakuummetern hingewiesen. Wie aus Tab. 3 und den Angaben in Abschn. 5 sowie Abb. 38 in ► Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“ zu erkennen ist, ist die Gasartabhängigkeit bei beiden Messprinzipien gerade in der Weise gegenläufig, dass ein Wärmeleitungsvakuummeter in Gegenwart von Wasserstoff einen zu hohen, ein Ionisationsvakuummeter dagegen einen zu niedrigen Druck anzeigt. Umgekehrt ist die Anzeige eines Ionisationsvakuumeters bei einem Gas, dessen relative Molekülmasse M_r größer ist als die von Stickstoff, in der Regel größer als der wahre Druck (Ausnahme z. B. O₂, Luft), wogegen die Anzeige des Wärmeleitungsvakuumeters kleiner als der wahre Druck ist. Darauf sollte im Überschneidungsbereich bei solchen Kombinationsdruckmessgeräten geachtet werden.

Ein weiteres Problem bei der Verwendung von Ionisationsvakuummetern ist die Tatsache, dass diese nicht den Druck p , sondern die Gasdichte n messen. Man stelle sich eine abgeschlossene, auf Raumtemperatur befindliche Kammer, gefüllt mit Wasserstoff des Druckes p_1 im Hochvakuum, vor. Ein Ionisationsvakuummeter sei eingebaut, um den Druck zu messen. Wenn nun die gesamte Kammer in flüssigen Stickstoff getaucht wird, wird der Druck p_2

$$\frac{p_2}{p_1} = \frac{T_2}{T_1} = \frac{77}{300} = 0,26 \quad (17)$$

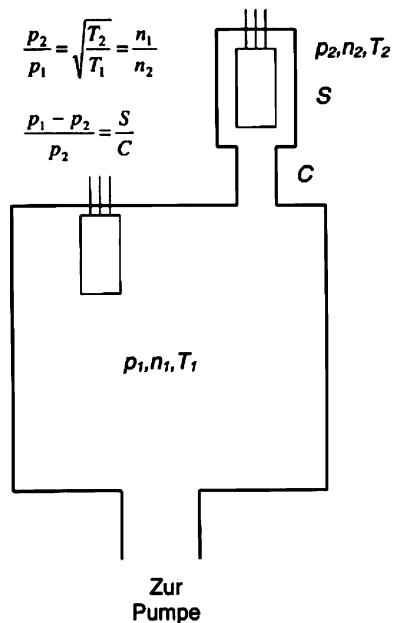
nur noch etwa 1/4 von p_1 betragen, aber das Ionisationsvakuummeter wird dasselbe anzeigen, weil die Dichte $n_1 = n_2$ gleichgeblieben ist (Gl. 19 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“). Dieses Beispiel zeigt, wie wichtig es ist, die Temperatur während einer Druckmessung zu berücksichtigen. Sogar Temperaturänderungen im Raumtemperaturbereich (>1 K) müssen bei Präzisionsmessungen berücksichtigt werden [58].

Wenn eine Kammer kontinuierlich gepumpt wird, wird sich in den Messkopf eines Ionisationsvakuummeters mit Glühkathode, in dem die Temperatur T_2 herrscht, eine Molekularströmung einstellen, so dass die Kontinuitätsgleichung gilt. Das bedeutet, dass thermische Transpiration (► Abschn. 2.5.7 in Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“) auftritt, wenn zwischen Kammer und Messgerät eine Rohrverbindung kleineren Durchmessers besteht (Abb. 32). Wenn p_1 , n_1 den Druck und die Gasdichte des Gases in der Kammer mit der Temperatur T_1 bezeichnen und p_2 , n_2 den Druck und die Gasdichte des Gases im Ionisationsvakuummeter, so ist gemäß Gl. 2 in ► Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“ der Druck p_1 kleiner als p_2 ($T_1 < T_2$), jedoch gilt für die Gasdichten das umgekehrte:

$$\frac{n_2}{n_1} = \sqrt{\frac{T_1}{T_2}} \quad (18)$$

Dadurch ist die gemessene Gasdichte im Ionisationsvakuummeter, die für dessen Anzeige verantwortlich ist, größer als in der verbundenen Kammer. Gewöhnlich

Abb. 32 Der Einfluss des Saugvermögens S eines Ionisationsvakuummeters (siehe Gl. 6.28) und der thermischen Transpiration auf die Anzeige. C : Leitwert zwischen Vakuumkammer (Druck p_1 , Temperatur T_1) und Ionisationsvakuummeter. Da das Ionisationsvakuummeter die Gasdichte n_2 misst, sinkt die Anzeige, wenn $T_2 > T_1$



wird der Effekt der thermischen Transpiration bei Ionisationsvakuummeter mit Glühkathode in die Vakuummeterkonstante einkalibriert.

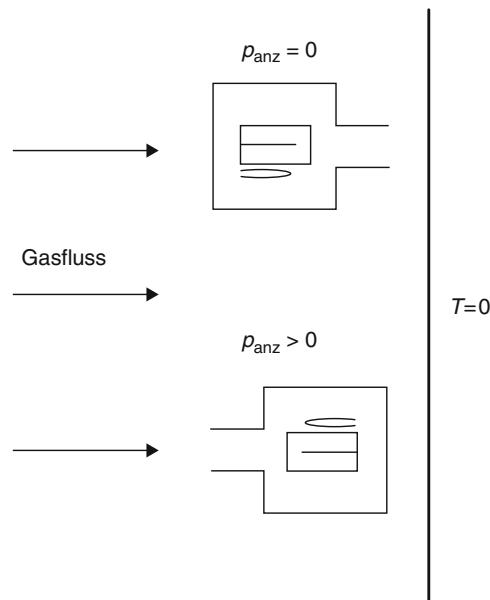
In Abb. 32 wird auch der Einfluss des Saugvermögens des Ionisationsvakuummeters deutlich gemacht. Wenn das Gerät nicht „eintaucht“ (wie das untere Messgerät in Abb. 32) und zwischen Kammer und Messgerät ein endlicher Leitwert C vorhanden ist, wird die Druckanzeige p_2 ebenfalls reduziert.

Ein weiteres Problem, das bei der Anwendung von Ionisationsvakuummeter vorkommt, ist eine nicht homogene Druckverteilung in einem Behälter bzw. Nettoflüsse in einer Kammer. Abb. 33 zeigt, dass in besonderen Fällen die Orientierung eines Ionisationsvakuummeters zum Gasfluss von großer Bedeutung sein kann. Dies gilt natürlich allgemein für jedes Vakuummessgerät. In jedem nicht abgeschlossenen Vakuumsystem (Weg zur Pumpe offen) herrscht ein Nettofluss.

Man betrachte dazu Abb. 33. In diesem Fall strömt Gas von links nach rechts auf eine Wand, die sich auf einer Temperatur befindet, bei der alle Gasteilchen kondensieren. Das obere ideale Vakuummeter (keine interne Gasquellen) (a) wird eine Nullanzeige liefern, während dasselbe Vakuummeter in Stellung (b) einen Druck anzeigen wird, der sich aus dem Gleichgewicht ergibt, dass gleich viele Teilchen in den Messkopf eindringen wie ihn wieder verlassen. Keine der beiden Stellungen gibt den „wahren“ Druck wieder.

Das Ausgasen und die Re-Emission von Teilchen, die vorher durch das Ionisationsvakuummeter „gepumpt“ wurden, kann bei niedrigen Drücken ein erhebliches

Abb. 33 Der Einfluss der Orientierung eines Ionisationsvakuummeters auf den angezeigten Druckwert. Die Wand rechts diene bei absolutem Nullpunkt ($T = 0$) als ideale Pumpe. Das obere Ionisationsvakuummeter wird den Druck $p = 0$ anzeigen, das untere einen von Null verschiedenen



Problem werden. Ein Ionisationsvakuummeter, das längere Zeit höherem Druck ausgesetzt war, wird eine lange Relaxationszeit von Stunden oder gar Tagen zeigen, bis die Anzeige bei niedrigen Drücken wieder einen konstanten Druckwert erreicht. Ausgasraten von Ionisationsvakuummeter mit Glühkathoden variieren typischerweise von 10^{-9} Pa L/s bis 10^{-7} Pa L/s [29].

7 Kombinationsmessgeräte

Um dem Bedarf eines kompakten Vakuummessgeräts, welches den Druckbereich vom Hochvakuum bis zum Atmosphärendruck überdecken kann, gerecht zu werden, bieten viele Hersteller Kombinationen verschiedener Messprinzipien in einem Vakuummessgerät an. Ein Beispiel haben wir bereits in Abb. 9 gesehen, bei dem ein Feinvakuum-Ionisationsvakuumeter mit einem Pirani kombiniert wurde. Üblich sind jedoch auch die Kombinationen von Bayard-Alpert-Ionisationsvakuummetern mit Piranis. Auch Quarz-Oszillatoren werden neuerdings mit Ionisationsvakuummetern kombiniert.

Abb. 34 zeigt ein Vakuummessgerät, welches drei verschiedenen Messprinzipien in einem sehr kompakten Gerät vereinigt. Von 150 kPa bis 1 kPa misst ein kapazitives Membranvakuummeter gasartunabhängig, von 1 kPa bis 2 Pa ein gasartabhängiges Wärmeleitungsvakuummeter (Pirani), darunter ein ebenfalls gasartabhängiges Bayard-Alpert Ionisationsvakuummeter bis $5 \cdot 10^{-8}$ Pa. In den Überlappungsbereichen der Messprinzipien von 100 Pa bis 1 kPa und 0,5 Pa bis 2 Pa sorgt eine Elektronik für glatte Übergänge im angezeigten Druck.



Abb. 34 Kombinationsmessgerät BCG 450 der Firma Inficon mit einem Messbereich von $5 \cdot 10^{-8}$ Pa bis 150 kPa, bestehend aus einem kapazitiven Drucksensor (*links*), einem Piranisensor (*rechts*) und einem Ionisationsvakuummeter nach Bayard-Alpert (*Mitte*). Mit freundlicher Genehmigung der INFICON AG, Liechtenstein

Sprünge, die teilweise durch die Gasartabhängigkeit der Messprinzipien (siehe oben im Abschn. 6), teilweise durch eine ungenügende Kalibrierung bzw. Langzeitinstabilitäten verursacht sind, stellen ein wesentliches Problem bei Kombinationsmessgeräten dar.

Literatur

1. von Baeyer, O.: Phys. Z. **10**, 168 (1909)
2. Buckley, O.E.: An ionization manometer. Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A. **2**, 683 (1916)
3. Dushman, S., Lafferty, J.M.: Scientific foundations of vacuum technique. 2. Aufl. Wiley, New York (1962)
4. Penning, F.M.: Ein neues Manometer für niedrige Gasdrücke, insbesondere zwischen 10^{-3} und 10^{-5} mm. Physica **4**, 71 (1937) und Philips Tech. Rev. **2**, 201 (1937)
5. Penning, F.M.: Die Glimmentladung bei niedrigem Druck zwischen koaxialen Zylindern in einem axialen Magnetfeld. Physica **3**, 873 (1936) und US Patent, 1939 verliehen

6. Penning, F.M., Nienhuis, K.: Construction and application of a new design of the Philips vacuum gauge. *Philips Tech. Rev.* **11**, 116 (1949)
7. Lotz, W.: Electron-impact ionization cross-sections and ionization rate coefficients for atoms and ions. *Astrophys. J. Suppl.* **14**, 207–238 (1967)
8. Tilford, C.R.: Sensitivity of hot cathode ionization gauges. *J. Vac. Sci. Technol. A* **3**, 546–549 (1985)
9. Edelmann, Chr., Engelmann, P.: Möglichkeiten der Messbereichserweiterung bei Glühkatoden-Ionisationsvakuummetern. *Vak. Technol.* **31**, 2–10 (1982)
10. Kno, Z.H.: An approach to the non-linearity of an ionization vacuum gauge at the upper limit of the measured pressure. *Vacuum* **31**(7), 303/08 (1981)
11. Wang, Y.-Z.: A fundamental theory of high pressure hot cathode ionization gauges. *Vacuum* **34**, 775–778 (1984)
12. Schulz, G.J., Phleps, A.V.: Ionization gauges for measuring pressures up to the millimeter range. *Rev. Sci. Instrum.* **28**, 1051 (1957)
13. Bayard, R.T., Alpert, D.: Extension of the low pressure range of the ionization gauge. *Rev. Sci. Instrum.* **21**, 571 (1950)
14. Arnold, P.C., Bills, D.G., Borenstein, M.D., Borichevsky, S.C.: Stable and reproducible Bayard-Alpert ionization gauge. *J. Vac. Sci. Technol. A* **12**, 580–586 (1994)
15. Schmidt, K., Bergner, U.: Stabilität von Hochvakuum-Meßröhren. *Vak. Forsch. Prax.* **3**, 177–182 (1996)
16. Peacock, R.N., Peacock, N.T.: Sensitivity variation of Bayard-Alpert gauges with and without closed grids from 10^{-4} to 1 Pa. *J. Vac. Sci. Technol. A* **8**, 3341 (1990)
17. van Oostrom, A.: *Vac. Symp. Trans. Comm. Vac. Technol.* **1** (1961), Pergamon, New York, 443.
18. Repa, P.: The residual current of the modulated BA-gauge. *Vacuum* **36**, 559–560 (1986)
19. Chou, T.S., Tang, Z.Q.: Investigation on the low pressure limit of the Bayard-Alpert gauge. *J. Vac. Sci. Technol. A* **4**, 2280–2283 (1986)
20. Filipelli, A.R.: Residual currents in several commercial ultra high Bayard-Alpert gauges. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 3234–3241 (1987)
21. Berman, A.: Total pressure measurements in vacuum technology. Academic, New York (1985)
22. Grosse, G., et al.: Secondary electrons in ion gauges. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 3242 (1987)
23. Harten, U., et al.: Surface effects on the stability of hot cathode ionization gauges. *Vacuum* **38**, 167–169 (1988)
24. Redhead, P.A.: Electron stimulated desorption. *Vacuum* **12**, 267 (1962)
25. Redhead, P.A.: Modulated Bayard-Alpert gauge. *Rev. Sci. Instrum.* **31**, 343 (1960)
26. Hobson, J.P.: Measurements with a modulated Bayard-Alpert gauge in aluminosilicate glass at pressures below 10^{-12} Torr. *J. Vac. Sci. Technol. A* **81**, 1 (1964)
27. Helmer, J.C., Hayward, W.D.: Ion gauge for vacuum pressure measurements below 1×10^{-10} Torr. *Rev. Sci. Instrum.* **37**, 1652 (1966)
28. Han, S.-W., et al.: Performance of the bent beam ionization gauge in ultrahigh vacuum measurements. *Vacuum* **38**, 1079–1082 (1988)
29. Watanabe, F.: Ion spectroscopy gauge: total pressure measurements down to 10^{-12} Pa with discrimination against electron-stimulated-desorption ions. *J. Vac. Sci. Technol. A* **10**, 3333–3339 (1992)
30. Craig, J.H., Hock, J.H.: Construction and performance characteristics of a low cost energy prefilter. *J. Vac. Sci. Technol. A* **17**, 1360–1363 (1980)
31. Akimichi, H., et al.: Development of a new ionization gauge with Bessel box type energy analyser. *Vacuum* **46**, 749–752 (1995)
32. Katalog der ULVAC Cooperation, Japan, vom 4. September 2017. www.ulvac.co.jp/eng/
33. Lafferty, J.M.: Hot-cathode magnetron ionization gauge for the measurement of ultrahigh vacua. *J. Appl. Phys.* **32**, 424 (1961)
34. Schuemann, W.C.: Ionization vacuum gauge with photocurrent suppression. *Rev. Sci. Instrum.* **34**, 700 (1963)
35. Messer, G.: Long term stability of various reference gauges over a three years period. *Proc. 8th Int. Vacuum Congr. Cannes* **2**, 191–194 (1980)

36. Lafferty, J.M.: Trans. Am. Vac. Soc. Vac. Symp. **7**, 97 (1960)
37. Chen, J.Z., et al.: An axial-emission ultra-high vacuum gauge. J. Vac. Sci. Technol. **20**, 88–91 (1982)
38. Chen, J.Z., et al.: Proc. 9. Int. Vac. Congr., Madrid, S. 99.(1983)
39. Ohsako, N.: A new wide-range B–A gauge from UHV to 10^{-1} Torr. J. Vac. Sci. Technol. **20**, 1153–1155 (1982)
40. Watanabe, F.: Point collector ionization gauge with spherical grid for measuring pressures below, 10^{-11} Pa. J. Vac. Sci. Technol. A **5**, 242–248 (1987)
41. Gentsch, H.: Inertes Ionisationsvakuummeter mit extrahiertem Kollektor (EXKOLL). Vak. Technol. **36**, 67–74 (1987)
42. Redhead, P.A.: Ultrahigh vacuum pressure measurements: limiting processes. J. Vac. Sci. Technol. A **5**, 3215–3223 (1987)
43. Madey, T.E.: Surface phenomena and their influence on ultrahigh vacuum gauges. J. Technol. A **5**, 3249 (1987) (Summary abstract)
44. Oshima, C., Otuko, A.: Performance of an ionization gauge with a large-angle ion deflector. I. Total pressure measurement in extreme high vacuum. J. Vac. Sci. Technol. A **12**, 3233 (1994)
45. Morrison, D.: Lethal voltages from ion/gas discharge interactions. Le Vide **41**, 297–304 (1986)
46. Knauer, W.: Mechanism of the Penning discharge at low pressures. J. Appl. Phys. **33**, 2093 (1962)
47. Knauer, W., et al.: Instability of plasma sheath rotation and associated microwave generation in a Penning discharge. Appl. Phys. Lett. **3**(1), 11 (1963)
48. Bohm, D., et al.: Theoretical considerations regarding minimum pressure for stable arc operations. Natl. Nucl. Energy Ser. 1 **5**, 77 ff. (1949) und 173 ff.
49. Redhead, P.A.: The townsend discharge in a coaxial diode with axial magnetic field. Can. J. Phys. **37**, 255 (1959)
50. Hobson, J.P., Redhead, P.A.: Operation of an inverted meagneton gauge in the pressure range 10^{-3} to 10^{-12} mm Hg. Can. J. Phys. **36**, 271 (1958)
51. Leck, J.H.: Sorption and desorption of gas in the cold-cathode ionization gauge. J. Sci. Instrum. **30**, 271 (1953)
52. Barnes, G., Gaines, J., Kees, J.: Relative sensitivity and pumping rate of the redheat magnetron gauge. Vacuum **12**, 141 (1962)
53. Rhodin, T.N., Rovner, L.H.: Gas-metal reactions in oxygen at low pressures. Trans. 7th Nat. Symp. Vac. Technol. 228 (1960)
54. Kornelsen, E.V.: A small ionic pump employing metal evaporation. Trans. 7th Nat. Symp. Vac. Technol. 29 (1960)
55. Li, D., Jousten, K.: Comparison of some metrological characteristics of hot and cold cathode ionization gauges. Vacuum **70**, 531–541 (2003)
56. Li, D., Jousten, K.: Comparison of the stability of hot and cold cathode ionization gauges. J. Vac. Sci. Technol. A **21**, 937–946 (2003)
57. Jousten, K.: Comparison of the sensitivities of ionization gauges to hydrogen and deuterium. Vacuum **46**, 9–12 (1995)
58. Jousten, K.: Temperature corrections for the calibration of vacuum gauges. Vacuum **49**, 81–87 (1998)



Partialdruckmessung

26

Karl Jousten und Robert Ellefson

Zusammenfassung

Bei der Partialdruckmessung interessiert man sich für bestimmte Gasarten im Vakuum, entweder, weil diese Gasarten einen Prozess stören oder ermöglichen und gesteuert werden müssen. Im Gegensatz zu Totaldruckmessgeräten muss also bei Partialdruckmessgeräten die Gasart identifiziert werden. Dies geschieht in der Regel mit Massenspektrometern, hier vor allem mit Quadrupolmassenspektrometern, jedoch werden vermehrt auch optische Methoden eingesetzt. Beide Methoden werden erläutert, besonders ausführlich die sehr verbreiteten Quadrupolmassenspektrometer.

1 Einleitung

Zusätzlich zur Kenntnis des Totaldruckes ist es oft wichtig, die Verteilung des Totaldruckes auf die Partialdrücke der verschiedenen Gaskomponenten in einem Vakuumsystem zu kennen. Die Komponenten und ihre Partialdrücke sind hilfreich bei der Bestimmung des Pumpstatus eines Vakuumsystems oder bei der Kontrolle eines bestimmten Vakuumprozesses. Die Messung der Partialdrücke der Restgase im Vakuum erfolgt hauptsächlich mit kleinen Massenspektrometern, die üblicherweise als Restgas-Analysatoren (RGA) bezeichnet werden. Diese Bezeichnung röhrt von ihrer ursprünglichen Verwendung, der Untersuchung des Restgases, meist um das Vakuum weiter zu verbessern. Heute werden die Massenspektrometer jedoch oft zur

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

R. Ellefson

REVac Consulting, Dayton, USA

Steuerung von Vakuumprozessen eingesetzt, so dass von der Bezeichnung Restgas-Analysator abgesehen werden sollte. In jüngster Zeit wurden aber auch optische Absorptions-Techniken für die Bestimmung von Partialdrücken im Vakuum genutzt (Abschn. 3).

Lecksucher detektieren Gase, die als Prüfgase eingesetzt werden. Lecksucher werden im ► Kap. 27, „Leckdetektoren“ beschrieben.

2 Partialdruckmessgeräte (Massenspektrometer)

Ein Massenspektrometer zur Bestimmung der Restgase in einem Vakuumssystem besteht aus fünf Hauptkomponenten: Einer Ionenquelle, einem Massen-Analysator, einem Ionendetektor zur Messung der Ionenströme der massegetrennten Ionen, Steuer- und Datenerfassungs-Elektronik und einem Computer mit Software als Bedieneinheit (siehe Abb. 1).

Die Ionisation in der Ionenquelle erfolgt ähnlich wie bei Totaldruckmessröhren mittels Elektronenstoß-Ionisation. Die im Ionisationsraum gebildeten Ionen werden mittels Elektroden, die auf einem bestimmten Potenzial liegen, aus dem Ionisationsraum extrahiert. Diese Elektroden besitzen Schlitze oder Blenden, um den Ionenstrahl in den Massen-Analysator zu führen und zu fokussieren.

Der Massenanalysator wird auf das gewünschte Masse-zu-Ladungsverhältnis (m/e) eingestellt und der Detektor misst den durchgelassenen Ionenstrom, der zu diesem so definierten m/e -Verhältnis gehört. Das Überstreichen eines Bereiches von m/e -Werten und die Aufnahme der Ionenströme in Abhängigkeit von der Masse erzeugt ein sogenanntes Massenspektrum, wie es in Abb. 2 dargestellt ist. Die Ionen in einem solchen Spektrum resultieren aus der Ionisation der verschiedenen Gasarten

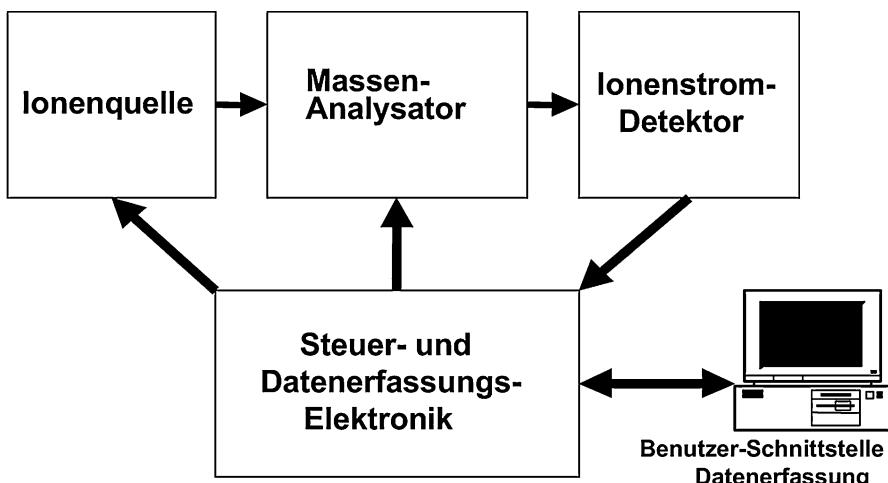


Abb. 1 Komponenten eines Massenspektrometers für Partialdruck-Analyse

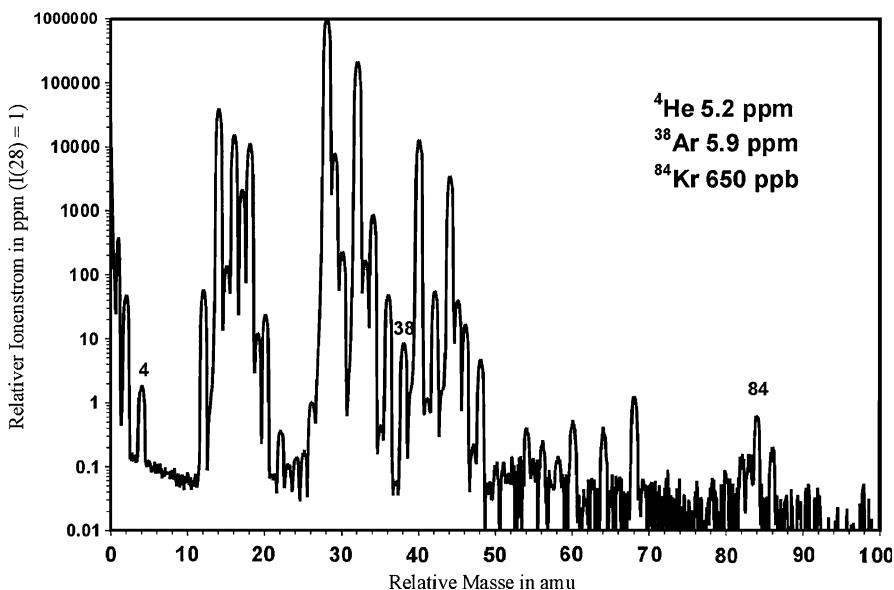


Abb. 2 Quadrupol-Massenspektrometer Spektrum von Luft (geschlossene Ionenquelle, 40 eV Elektronenenergie, Elektronenmultiplier, 1 s Signal-Integration). Mit Genehmigung der INFICON AG

durch Elektronenstoß-Ionisation und stellen die Aufteilung des Totalionentromes in der Ionenquelle in seine einzelnen Bestandteile dar. Jede Gasart erhält durch den Ionisationsprozess eine charakteristische Bruchstückverteilung auf verschiedene m/e . Es können drei verschiedene Arten von Ionen gebildet werden:

1. Mutter-Ionen, durch die Entfernung eines einzigen Elektrons vom Molekül bzw. Atom
2. Bruchstück-Ionen, durch das Auseinanderbrechen von Molekülbindungen beim Ionisationsprozess
3. mehrfach geladene Ionen durch die Entfernung von mehreren Elektronen vom Molekül bzw. Atom

Das Massenspektrum setzt sich aus all diesen verschiedenen Komponenten zusammen. Die relative Häufigkeit von Ionen im Massenspektrum steht in direktem Zusammenhang mit den Partialdrücken der Mutter-Moleküle bzw. Mutter-Atome des Restgases im Vakuumsystem. Somit kann aus einem Massenspektrum auf die Gaszusammensetzung geschlossen werden.

Der Partialdruck p_i einer Gasart i verhält sich zu seinem zugehörigen Ionenstrom, I_i , wie

$$p_i = I_i / K_i \quad (1)$$

wobei K_i die mittels einer Kalibrierprozedur bestimmte Partialdruck-Empfindlichkeit für die spezifische Gaskomponente ist. Leider ist bei vielen Typen von

Massenspektrometern K_i abhängig vom Totaldruck und der Anwesenheit anderer Gase, was die Messaufgabe wesentlich kompliziert.

Bruchstückverteilungen von Ionen sind in Referenz-Bibliotheken abgelegt und mit einiger Erfahrung sind sie auch direkt erkennbar. Dies ermöglicht dem Benutzer eines Massenspektrometers die qualitative Bestimmung der vorhandenen Gasarten. Als Beispiel ist in Abb. 2 ein Spektrum von Luft angegeben, das neben den Hauptkomponenten auch die Spurengase Helium und Krypton zeigt. Methoden zur Auswertung von Massenspektren und zur Kontrolle ausgewählter Ionen in Abhängigkeit von der Zeit werden später im Abschn. 2.7 behandelt.

Partialdrucksensoren werden mittels einer Anzahl grundlegender Begriffe charakterisiert [1, 2]:

- Ionenstrom-Linienbreite Δm oder Auflösungsvermögen $A = m/\Delta m$, auch Massenauflösung
- Empfindlichkeit K_i , für ein Referenzgas (z. B. Ar oder N₂)
- maximaler Betriebsdruck p_{\max}
- kleinster nachweisbarer Partialdruck $p_{\min} = \text{Ionenstromrauschen}/\text{Empfindlichkeit}$
- Beitrag zur Nachbarmasse AS bei einer bestimmten Masse
- überstreichbarer Massenbereich (z. B. 2 amu–80 amu; 0 amu–200 amu)

Der Signalverlauf einer Masse im Massenspektrum (üblicherweise als „Peak“ bezeichnet) ergibt sich aus den Eintrittsbedingungen der Ionen in den Massen-Analysator sowie dessen Ionentransmissions-Eigenschaften und wird über die Peak-Breite in Masseneinheiten (amu) definiert. Die Peak-Breite Δm wird üblicherweise definiert über die Breite des Peaks bei 10 % seiner Peakhöhe, seltener wird die Breite bei 50 % der Peak-Höhe benutzt. Die Peak-Breite Δm_{10} sollte <1 amu sein, um den Ionenstrom-Beitrag benachbarter Massenzahlen zueinander zu vermeiden und somit die Ionenströme ohne gegenseitige Beeinflussung messen zu können. Ein Maß für den Beitrag eines Peak-Auslängers zu seinem nächsten Nachbar-Peak ist die „Beteiligung zur Nachbarmasse“ AS , die üblicherweise in ppm (parts per million) angegeben wird:

$$AS = I_{m+1}/I_m \quad (2)$$

wobei I_{m+1} derjenige Ionenstrom auf der Masse $m+1$ ist, der durch den Ionenstrahl auf der Masse m hervorgerufen wird. Als Beispiel zeigt Abb. 2 den Ausläufer des Peaks auf der Masse 40 amu, der einen Beitrag von ~2 ppm zum Peak auf der Masse 41 amu bringt. Somit resultiert bei einer Peakbreite von 0,90 amu ein Beitrag zur Nachbarmasse I_{41}/I_{40} von 2 ppm. Auf gleiche Art und Weise beträgt die Beteiligung zur Nachbarmasse bei 39 amu I_{39}/I_{40} ebenfalls ~2 ppm. Für diese Messung eignet sich Argon vorzüglich, weil bei den meisten anderen Gasen direkt benachbarte Peaks vorhanden sind.

Die Empfindlichkeit K_i für eine bestimmte Gasart wird dadurch bestimmt, dass das Verhältnis zwischen dem Ionenstrom für das Referenz-Ion und dem bekannten Partialdruck des Referenzgases berechnet wird:

$$K_i = I_i / p_i \quad (3)$$

Definierte Drücke einer Gasart werden dadurch erzeugt, dass das Gas in ein Vakuumsystem eingelassen wird und die Änderung des Totaldruckes bestimmt wird. Falls eine Totaldruck-Messröhre mit gasartabhängiger Empfindlichkeit benutzt wird, muss der für die Gasart definierte Korrekturfaktor benutzt werden (Tab. 3, ► Abschn. 6 in Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“). Die Ionisation in der Ionenquelle eines RGA verläuft zwar ähnlich wie in einer Totaldruckmessröhre, die Korrekturfaktoren unterscheiden sich aber, weil RGAs typischerweise bei einer Elektronen-Energie von 70 eV und Totaldruck-Messröhren bei 150 eV betrieben werden. Üblicherweise wird die Empfindlichkeit für ein Gas (z. B. N₂ oder Ar) bestimmt, um die Grundempfindlichkeit des RGAs zu charakterisieren. Die gasartspezifische Empfindlichkeit wird sodann über Tabellenwerte mit relativen Ionisationswahrscheinlichkeiten abgeschätzt:

$$K_i = K_{N_2} \cdot K_{\text{relativ}} \quad (4)$$

Typische relative Ionisationswahrscheinlichkeiten für häufig vorkommende Substanzen sind in Tab. 1 angegeben. Die angegebenen Werte berechnen sich aus dem Produkt gebildet aus der Häufigkeit des Bruchstückes der Substanz [3] und der relativen Empfindlichkeit für Ionisationsmessröhren [4] (siehe Tab. 3, ► Abschn. 6 in Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“).

Der maximale Betriebsdruck p_{\max} ist derjenige Druck, bei dem die Empfindlichkeit um 20 % unter die Empfindlichkeit bei niedrigem Druck abgefallen ist. Dieser Verlust des linearen Ansprechens (konstante Empfindlichkeit) ist hauptsächlich auf Raumladungseffekte zurückzuführen. Diese reduzieren die Ionen-Transmission von der Ionenquelle durch das Massenfilter.

Das Rauschen des Strom-Messsystems sowie die Empfindlichkeit des Massenspektrometers in A/Pa begrenzen letztendlich den Partialdruck-Nachweis jeglicher Ionen Art bei sehr niedrigem Druck. Ein Maß für die Nachweigrenze bei niedrigem Druck ist der kleinste nachweisbare Partialdruck oder „minimum detectable partial pressure“ (MDPP). Dieser ist folgendermaßen definiert:

$$\text{MDPP} = \text{Rauschen } (1\sigma) / (K^* G) \quad (5)$$

Dabei ist G die Verstärkung des Sekundär-Elektronen-Vervielfachers (sofern vorhanden). G wird gleich 1 gesetzt, falls ein Faraday-Detektor benutzt wird.

Der Rauschpegel oder das Rauschen (1σ) ist abhängig von der Integrationszeit, die für die Strommessung benutzt wird. Deshalb ist es wichtig, die Messzeit bzw. die Verweilzeit anzugeben, die für die Strommessung eingesetzt wurde. Meist liegt die längste in der Praxis realisierbare Verweilzeit für die Messung des Ionenstroms bei 1 s. Häufig werden aber kürzere Verweilzeiten benutzt, so dass der Rauschpegel und somit auch der MDPP anwächst.

Abb. 3 zeigt den Einfluss gemessener Rauschpegel bei zwei verschiedenen Verweilzeiten (32 ms und 1 s) für Messungen mit einem Faraday und einem Sekundär-Elektronen-Vervielfacher. Es ist deutlich zu sehen, dass der MDPP durch

Tab. 1 Zusammenstellung häufig vorkommender Ionen und ihrer relativen Ionisationswahrscheinlichkeiten bei 70 eV. Die Empfindlichkeit für eine Spezies $K_i = K_{N_2} \cdot K_{\text{relativ}}$ berechnet sich aus dem Produkt der Bruchstückhäufigkeit des Haupitions und der relativen Ionisationswahrscheinlichkeit der Substanz

Substanz	Chemische Formel	Haupt-Ion	K_{relativ}	Substanz	Chemische Formel	Haupt-Ion	K_{relativ}
Azeton	(CH ₃) ₂ CO	43	2,09	Krypton	Kr	84	0,97
Luft		28	0,71	Methan	CH ₄	15	0,64
Ammoniak	NH ₃	17	0,69	Methanol	CH ₃ OH	31	0,77
Argon	Ar	40	1,06	Neon	Ne	20	0,21
Benzol	C ₆ H ₆	78	3,13	Stickstoff	N ₂	28	1,00
Brom	Br ₂	81 or 79	2,53	Stickoxid	NO	30	1,09
Kohlendioxid	CO ₂	44	1,19	Lachgas	N ₂ O	44	1,10
Kohlenstoff-Disulfid	CS ₂	76	2,67	Sauerstoff	O ₂	32	0,91
Kohlenmonoxid	CO	28	0,96	Phosphin	PH ₃	35	1,44
Kohlenstoff-tetrafluorid	CF ₄	69	1,19	Propan	C ₃ H ₈	29	1,16
Dichlor-difluormethan	CCl ₂ F ₂	85	1,68	Silan	SiH ₄	28	1,13
Ethan	C ₂ H ₆	27	1,16	Silizium-tetrachlorid	SiF ₄	85	1,1
Ethanol	C ₂ H ₅ OH	31	1,76	Silizium-oxifluorid	SiOF	63	1,1
Helium	He	4	0,14	Schwefeldioxid	SO ₂	64	1,26
Wasserstoff-Chlorid	HCl	36	1,07	Schwefel-hexafluorid	SF ₆		1,64
Wasserstoff-fluorid	HF	20	1	Wasser	H ₂ O	18	0,75
Stickstoff-trifluorid	NF ₃	52	0,83	Xenon	Xe	134	0,78
Schwefel-wasserstoff	H ₂ S	34	1,47				

kürzere Verweilzeiten und somit höhere Messfrequenz angehoben wird. Der Benutzer muss somit einen Kompromiss zwischen Nachweisgrenze und Messfrequenz finden, falls er kleinere Änderungen der Gaszusammensetzung nachweisen möchte. Typische Verstärkungen von Sekundär-Elektronen-Vervielfächern liegen zwischen 10^2 und 10^6 , wodurch sich prinzipiell eine dramatische Erniedrigung des MDPP ergeben sollte. Allerdings nimmt aber auch der in die Berechnung des MDPP eingehende Rauschpegel (1σ) mit der Verstärkung zu, so dass beim Einsatz eines SEV das Signal-zu-Rausch Verhältnis typischerweise um einen Faktor von rund 100 gegenüber Messungen mit einem Faraday-Detektor verbessert wird. Zur Verringerung des MDPP kann auch die Empfindlichkeit K gesteigert werden. Dies

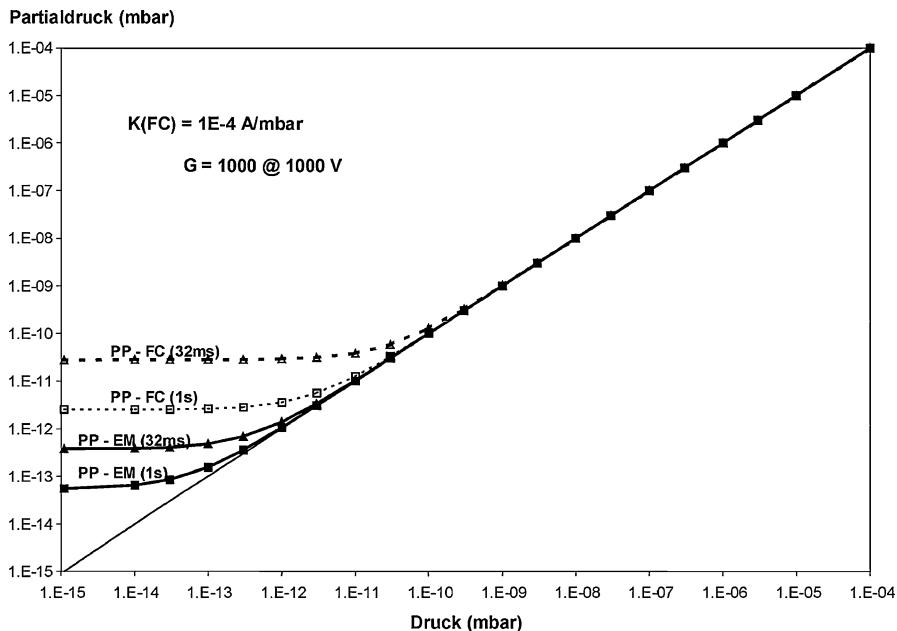


Abb. 3 Kleinster nachweisbarer Partialdruck MDPP in Abhängigkeit von der Integrationszeit (32 ms bzw. 1 s) des Ionenstrom-Signals für Faraday-Detektor (FC) und SEV (EM). MDPP wird hauptsächlich durch den Rauschpegel des Verstärkers bestimmt

kann durch Erhöhung des Elektronen-Emissionsstroms erreicht werden, allerdings wird hierdurch meist die Linearität bei hohem Druck durch Raumladungseffekte in der Ionenquelle verschlechtert. Falls ein möglichst geringer MDPP erreicht werden muss, ist diese Empfindlichkeitssteigerung durch Erhöhung des Elektronen-Emissionsstromes in Verbindung mit einer moderaten Verstärkung des SEV (~ 1000) sinnvoll.

2.1 Ionenquellen

Elektronenstoß-Ionenquellen haben sich aus frühen Beispielen von Dempster [5], Bleakney [6], Nier [7, 8] und Ingraham & Hayden [9] für magnetische Massenspektrometer entwickelt. Beschreibungen dieser ursprünglichen Ionenquellen sind bei Duckworth et al. [10] gegeben. Austin, Holmes und Leck [11] zeigen basierend auf einer Arbeit von Brubaker [12] Adaptionen dieser Ionenquelle für die Kombination mit Quadrupol-Massenspektrometern. Der heutzutage hauptsächlich eingesetzte Partialdruck-Analysator ist das Quadrupol-Massenspektrometer (QMS), so dass im Folgenden hauptsächlich Ionenquellen für derartige Geräte beschrieben werden. Es liegt in der Natur des Quadrupol-Massenspektrometers, dass es nur einen zylindrischen Ionenstrahl aus der Ionenquelle akzeptiert. Deshalb zeigen Ionenquellen für QMS typischerweise eine zylindrische Symmetrie. Die für die Restgasanalyse eingesetzten Ionenquellen lassen sich in drei Gruppen unterteilen: Offene

Ionenquellen (open ion source OIS), geschlossene Ionenquellen (closed ion source CIS) und Molekularstrahl- oder Crossbeam-Ionenquellen (cross beam ion source CBIS).

Die offene Ionenquelle ionisiert das Restgas der Vakuumkammer, in die das RGA eingetaucht ist. Der Prozessdruck in der zu untersuchenden Kammer muss niedriger sein als der maximale Betriebsdruck des RGA (typischerweise $<10^{-2}$ Pa), so dass das RGA mit seiner OIS direkt in das Vakumsystem eingebaut werden kann.

Ein RGA mit einer CIS analysiert Prozessgas, das bei einem höheren Druck als dem maximalen Betriebsdruck des RGA vorliegt. Mittels Blenden oder Kapillaren wird ein kleiner Gasstrom von dem Hochdruck-Regime durch die geschlossene Ionenquelle (wo die Ionisation stattfindet) hindurch in das Niederdruck-Regime geleitet, wo sich der Massenanalysator und der Detektor befinden. Ein mit dem Analysator verbundenes, unabhängiges Pumpsystem ist notwendig, um den Gasfluss durch die CIS und den niedrigen Betriebsdruck für Analysator und Detektor aufrechtzuerhalten.

Die Crossbeam-Ionenquelle CBIS ist dadurch charakterisiert, dass ein gerichteter Gasstrahl des Prozessgases so durch das Ionisationsvolumen hindurchgeleitet wird, dass er nicht mit den Wänden des Ionisationsraumes in Berührung kommt. Hierdurch wird die Ansammlung von Prozessgas an den Wänden des Ionisationsraumes minimiert, die ansonsten zur Erhöhung des Untergrundes, oder zu Memory-Effekten durch Freisetzung von Gasen aus früheren Messungen, oder zu Oberflächenreaktionen, die zu isolierenden Schichten (z. B. SiO_2) und somit zur Beeinflussung der Ionenoptik führen können. Beispiele verschiedener Ionenquellen-Typen sind in Abb. 4 gezeigt.

2.1.1 Offene Ionenquelle OIS

Die Bezeichnung offene Ionenquelle (Open Ion Source, OIS) charakterisiert einen Ionenquellen-Typ, der sich durch einen hohen Gas-Leitwert zwischen Ionisationsraum und dem umgebenden Volumen auszeichnet. Dies führt zu einer identischen Gasdichte im Ionisationsvolumen und der es umgebenden Vakuumkammer (kein Druckgefälle). Dies ist die Grundlage für eine repräsentative Analyse der Gaszu-



Abb. 4 Kommerzielle RGA-Ionenquellen. Von links nach rechts: Offene Ionenquelle OIS, offene Ultra-Hochvakuum-Ionenquelle, Molekularstrahl-Ionenquelle MBIS (Cross-Beam-) und zwei Varianten geschlossener Ionenquellen CIS

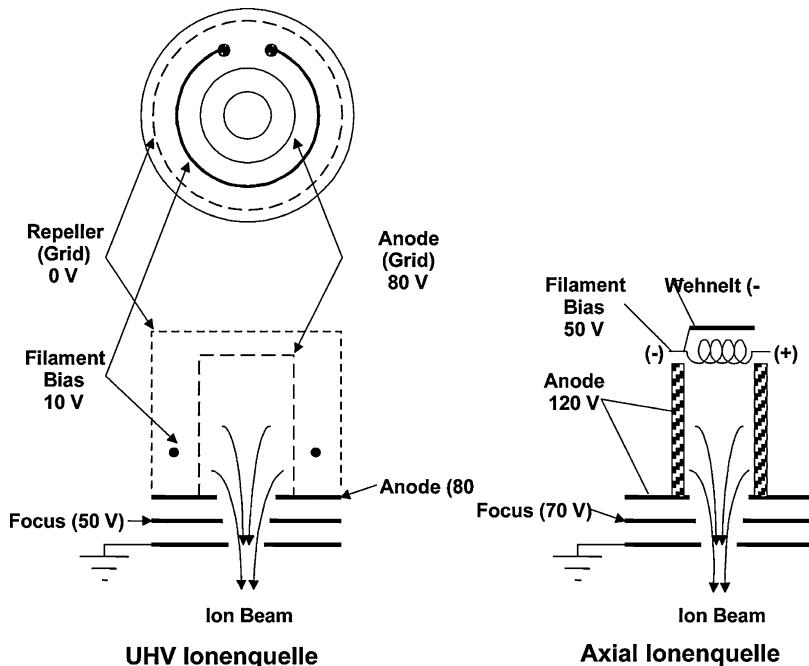


Abb. 5 Beispiele offener Ionenquellen OIS mit ihren typischen Betriebspotenzialen

sammensetzung in der Vakuumkammer. Alle RGAs zeichnen sich durch eine offene Ionenquelle aus. Abb. 5 zeigt den Aufbau von zwei offenen Ionenquellen.

Die gezeigte UHV-Ionenquelle zeigt Ähnlichkeit mit einer Ionisations-Messröhre. Die offene Gitterstruktur gewährleistet einen hohen Leitwert zu dem Volumen, das die Ionenquelle umgibt. Die Anodenspannung liegt bei >80 V. Dies gewährleistet, dass die auf -70 V gegenüber der Anode liegende Kathode immer auf positivem Potenzial gegenüber dem Erdpotenzial liegt. Die von einem Heizfaden (Kathode) außerhalb des Anodengitters stammenden Elektronen werden somit auf das Gitter zu beschleunigt, fliegen durch dieses hindurch und bilden innerhalb des Anodenraumes (Ionisationsraum) Ionen. Diese Ionen, die im Falle einer Ionisations-Messröhre auf einem zentralen Draht gesammelt werden, werden hier durch Ionen-Fokuslinsen extrahiert und als Ionenstrahl in Richtung des Massenfilters beschleunigt.

Ein Vorteil der UHV-Ionenquelle gegenüber der Axial-Ionenquelle ist, dass bedingt durch die kleinere Oberfläche weniger Gas abgegeben wird [11, 13]. Dies reduziert den Restgasuntergrund und erlaubt somit die Bestimmung niedrigerer Partialdrücke bis in den 10^{-13} Pa Bereich (siehe Abb. 8). Die Gasabgabe kann durch die Wahl geeigneter Materialien und Vorbehandlung (z. B. Vakuumglühen) weiter reduziert werden.

Die Axial-Ionenquelle ist an beiden Enden offen und zeigt einen relativ hohen Leitwert zwischen dem Ionisationsraum und dem umgebenden Volumen. Auch hier liegt die Anode auf dem höchsten Potenzial in der Ionenquelle (120 V in Abb. 5).

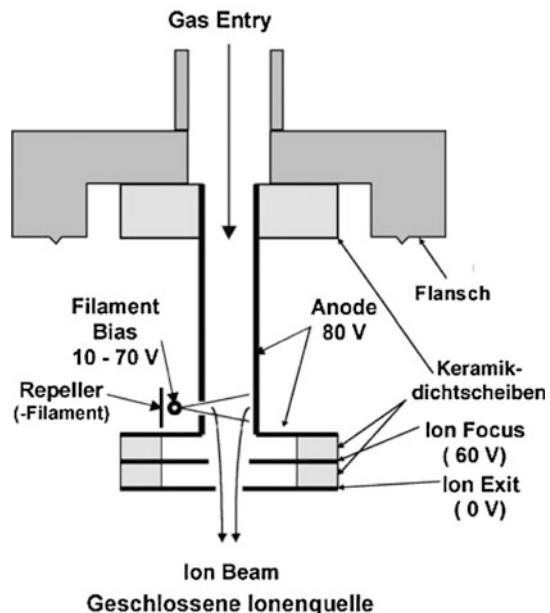
Der mit der negativen Seite des mit Gleichstrom betriebenen Heizfadens verbundene Wehnelt (Repeller) drückt vom Heizfaden abgegebene Elektronen in den Anodenraum. Der Heizfaden liegt auf einem Potenzial von -70 V gegenüber der Anode, so dass die Elektronen von der Anode angezogen werden. Die Elektronen fliegen somit durch den Anodenraum und bilden beim Zusammenstoß mit Gasmolekülen Ionen. Diese werden durch die auf niedrigerem Potenzial liegenden Extraktions- und Fokuslinsen in den Massen-Analysator beschleunigt. Die durch den Anodenraum fliegenden Elektronen werden durch die Fokuslinse zurückgestoßen und treffen auf der Anode auf, wohingegen Ionen von der Fokuslinse angezogen und gebündelt werden und sodann den Ionenstrahl bilden. Eine derartige Axial-Ionenquelle hat eine hohe Effizienz zur Erzeugung von Ionen und zeigt Empfindlichkeiten bis 10^{-5} A/Pa.

2.1.2 Geschlossene Ionenquellen

Wird die Anode der UHV-Ionenquelle in Abb. 5 als ein Metall-Zylinder anstelle einer Gitterstruktur ausgebildet und zusätzlich die Öffnungen zwischen den Fokus-Linsen mit Keramik-Isolatoren verschlossen sowie an der Anodenseite ein Loch einfügt, durch das die Elektronen in das eingeschlossene Volumen eintreten können, ist aus der UHV-Ionenquelle eine gasdichte Ionenquelle geworden [14–16]. Abb. 6 zeigt eine derartige geschlossene Ionenquelle (CIS). Das zu analysierende Gas tritt durch ein Verbindungsrohr, das zur geschlossenen Anode hin abgedichtet ist, in die Ionenquelle ein und verlässt diese wieder sowohl durch die Elektronen-Eintrittsblende als auch durch die Ionen-Austrittsblende.

Der prinzipielle Vorteil der geschlossenen Ionenquelle besteht darin, dass der Druck im Ionisationsraum höher ist als im Analysator-Bereich. Das Druckverhältnis

Abb. 6 Prinzip einer geschlossenen Ionenquelle.
Zu beachten sind die keramischen Gasdichtungen zwischen den Fokus-Elektroden und dem Probennahme-System, die dazu dienen, den Druck in dem Bereich des Anodenvolumens zu erhöhen, wo durch den Elektronenstrahl Ionen erzeugt werden



ist gegeben durch das Verhältnis des Saugvermögens am Analysator gegenüber dem Ausgangs-Leitwert der geschlossenen Ionenquelle. Dieses Verhältnis liegt üblicherweise zwischen 10 und 100, so dass in der Ionenquelle ein Druck bis zu 10^{-1} Pa resultiert, wenn der Analysator bei einem Druck von 10^{-3} Pa betrieben wird. Der hohe Druck in der Ionenquelle ermöglicht den Nachweis von Spuren-Verunreinigungen, wohingegen der niedrige Druck im Analysator den Verlust von Ionen durch Stöße mit Gasmolekülen minimiert. Falls der Gasfluss durch die CIS und den Analysator beispielsweise $0,02 \text{ Pa} \cdot \lambda/\text{s}$ beträgt, ergibt sich bei einem Austrittsleitwert der CIS von $1 \lambda/\text{s}$ ein Druck von $0,02 \text{ Pa}$ im Ionisationsraum der CIS. Durch Ausgasung oder probeninduzierte Gasabgabe gebildete Untergrund-Komponenten in der CIS stammen hauptsächlich von einer sehr kleinen Fläche innerhalb des Ionisationsraumes, in der der Elektronenstrahl auftrifft, so dass nur geringe Verunreinigungsbeiträge zum Probengas resultieren. Dieses niedrige Untergrundniveau ermöglicht den Nachweis von Spuren-Verunreinigungen im Probengas. Der Heizfaden liegt außerhalb des Ionisationsraums, so dass die Diffusion von Komponenten, die durch Oberflächenreaktionen am Heizfaden gebildet werden, rückwärts in das Ionisationsvolumen weitestgehend verhindert und der damit verbundene Beitrag zur Zusammensetzung des Probengases minimiert wird.

2.1.3 Crossbeam-Ionenquelle

Die Crossbeam-Ionenquelle stellt den dritten Typ von Ionenquellen dar. In ihr wird das Gas als Gasstrom in den Ionisationsraum eingelassen, wobei der Elektronenstrahl senkrecht zum Gasstrahl steht. Die erzeugten Ionen werden senkrecht sowohl zum Gasstrahl als auch zum Elektronenstrahl extrahiert, wie Abb. 7 zeigt. Ziel dieser Konstruktion ist es, die Moleküle im Gasstrahl zu ionisieren, bevor sie auf eine Oberfläche der Ionenquelle treffen. Dies ist außerordentlich nützlich bei der Analyse kondensierbarer Gase, bei Gasen mit hoher Haftfähigkeit und bei Gasen, die isolierende Schichten bilden. Der Gasstrom wird mittels eines Molekularstrahlers so kollimiert, dass er durch das Ionisationsvolumen hindurch auf eine Kühlfläche oder in eine Pumpe fliegt. Für Gase wie beispielsweise UF_6 ist dieses Kondensieren an

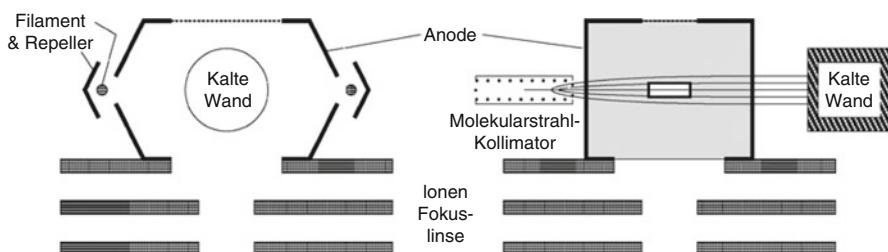


Abb. 7 Prinzip einer Crossbeam-Ionenquelle. Die linke Seite zeigt den Heizfaden, den Repeller, die Anode und die zugehörigen Extraktions- und Fokuslinsen, wobei der Molekularstrahl in der Mitte der Anode senkrecht zur Zeichnungsebene eintritt. Die rechte Seite zeigt den durch den Ionisationsraum fliegenden und auf einer Kühlfläche auftreffenden Molekularstrahl. Die Moleküle bewegen sich senkrecht zu den Elektronen als auch zum Ionenstrahl

einer Kühlfläche wichtig, da eine Kontamination der Wände des Ionisationsraumes vermieden wird und so Memory-Effekte durch Ausgasung von zuvor analysierten Gasmischungen minimiert werden.

2.2 Heizfaden-Materialien

Die Auswahl des Heizfaden-Materials für die Restgasanalyse mit offener Ionenquelle oder geschlossener Ionenquelle wird durch die Applikations-Aufgabe bestimmt. Tab. 2 zeigt eine Auflistung der gebräuchlichen Heizfaden-Materialien in der Reihenfolge ihrer heutigen Einsatzhäufigkeit. Der am meisten verbreitete Heizfaden für typische Restgasanalyse ist Yttriertes Iridium ($\text{Y}_2\text{O}_3/\text{Ir}$) oder Thoriertes Iridium (ThO_2/Ir), hauptsächlich aus zwei Gründen:

1. Die Oxid-Schicht ergibt eine hohe Toleranz gegenüber oxidierenden Atmosphären, wie sie häufig bei Restluftkomponenten auftreten, und gegenüber Wasserdampf. In beiden Fällen wird die Lebensdauer von Wolfram-oder Rhenium-Heizfäden stark verkürzt.
2. Die zur Elektronen-Emission benötigte Betriebstemperatur ist niedriger als bei Wolfram [17], so dass auch die thermisch induzierte Ausgasrate niedriger ist.

Tab. 2 Heizfaden-Materialien und ihre Verträglichkeit gegenüber Gasarten

Material	Betriebstemperatur [17]	Verträgliche Gase	Kommentare
$\text{Y}_2\text{O}_3/\text{Ir}$	1300 °C	Inerte Gase, Luft/ O_2 , NO_x , SO_x	Kurze Lebensdauer in Halogenen, erzeugt etwas $\text{CO}/\text{CO}_2/\text{O}_2$ bei hohem H_2O -Untergrund
ThO_2/Ir	1300 °C	Inerte Gase, Luft/ O_2 , NO_x , SO_x	Kurze Lebensdauer in Halogenen, erzeugt etwas $\text{CO}/\text{CO}_2/\text{O}_2$ bei hohem H_2O -Untergrund (geringe Radioaktivität (α))
W, W/ 3 % Re	1800 °C	Inerte Gase, H_2 , Halogene Freone	Kurze Lebensdauer in oxidierenden Gasen, erzeugt reichlich CO/CO_2 bei hohem O_2 - und/oder H_2O -Untergrund, WO_x ist flüchtig und kann verdampfen
Re	1800 °C	Inerte Gase, Kohlenwasserstoffe, H_2 , Halogene, Freone	Nur wenige Monate Lebensdauer aufgrund Verdampfung, vielfach für Kohlenwasserstoff-Analysen eingesetzt, verbraucht O_2 , erzeugt etwas CO/CO_2 bei hohem O_2 - und/oder H_2O -Untergrund

Anderseits ist zu beachten, dass beide Oxid-beschichteten Heizfäden mit reduzierenden Atmosphären von z. B. Halogenen oder Wasserstoff nicht verträglich sind. Deshalb sollten diese Heizfaden-Materialien bei Ätzprozessen in der Halbleiterindustrie oder bei Messungen von Freonen nicht eingesetzt werden. Glücklicherweise kann Wolfram oder Wolfram/3 % Rhenium [18] (Rhenium mindert die Brüchigkeit und verbessert die Sauerstoffverträglichkeit) für die Analyse von Wasserstoff, Halogenen und Freonen eingesetzt werden. Das Hauptproblem von Wolfram-Heizfäden ist ihre kurze Lebensdauer in Luft/Sauerstoff. Trotzdem kann bei Sauerstoff-Partialdrücken von weniger als 10^{-4} Pa eine Lebensdauer von bis zu einem Jahr für einen Wolfram-Heizfaden erwartet werden. Reine Rhenium-Heizfäden werden in großem Maßstab für die Analyse von Kohlenwasserstoffen eingesetzt, da Rhenium nicht die durch Karbide verursachte Brüchigkeit zeigt. Allerdings zeigen sie schon bei den für die Elektronen-Emission typischen Betriebstemperaturen hohe Verdampfungs-raten, die 10-mal höher sind als bei Wolfram-Heizfäden [18]. Deshalb sehen viele Betreiber von Restgasanalysatoren in sauberen Vakuumssystemen die recht kurze Lebensdauer der Rhenium-Heizfäden von typischerweise nur 2–4 Monaten und den dadurch verursachten häufigen Heizfadenwechsel als Problem an.

2.3 Ionenquellenbedingte Artefakte im Massenspektrum

Das Vorhandensein eines heißen Heizfadens zur Erzeugung von Elektronen zur Ionisation von Gasmolekülen zeigt auch unerwünschte Nebeneffekte. Der heiße Heizfaden kann viele Oberflächenreaktionen hervorrufen. Eine häufig auftretende Reaktion ist die zwischen auf der Heizfaden-Oberfläche befindlichem Kohlenstoff und Sauerstoff in Form von O₂ oder H₂O, die zur Bildung von CO und CO₂ führt. Hohe Konzentrationen von Wasserdampf können in Verbindung mit heißem Y₂O₃ (und zu einem kleineren Teil auch bei ThO₂) zur Bildung von niedrigen O₂-Konzentrationen durch Oberflächen-Reaktionen führen.

Bei Vorhandensein von Wasserdampf kann sich auch Hydronium H₃O⁺ bilden. Die Laufzeit der Wasserdampfionen in der Ionenquelle ist lange genug, so dass sich aus H₂O⁺ durch weitere Ionen-Molekülreaktionen H₃O⁺ formieren kann [19].

Miniaturierte Massenspektrometer werden üblicherweise im Druckbereich zwischen 10⁻² Pa und 1 Pa betrieben und zeigen daher aus Ionen-Molekülreaktionen stammende Spezies (diese können in Häufigkeiten von einigen 1000 ppm im Vergleich zum Mutter-Ion auftreten) [20]. Beispiele sind N₃⁺ bei hohen N₂-Konzentrationen, ArH⁺ und Ar₂⁺ sofern Ar bei hohem Druck die Hauptgaskomponente darstellt. Die Reaktionsprodukte, die aus dieser Chemie entstehen, erscheinen bei Massenspektrometern, die bei hohem Druck betrieben werden, direkt als Artefakte im Massenspektrum, bei Massenspektrometern mit geschlossenen Ionenquellen sind sie nur in geringem Ausmaß vorhanden. Als Beispiel für eine typische Ion-Molekül-Reaktion dient in Abb. 2 die Masse m/e = 42, N₃⁺, die in der geschlossenen Ionenquelle zusätzlich zu den tatsächlich im Vakuumsystem vorhandenen Gasarten gebildet wird.

Die vom heißen Heizfaden abgegebene Wärme kann zur Desorption verschiedener Spezies (H_2O , CO_2 , H_2) von benachbarten Oberflächen führen oder es kann durch die gesamte Erwärmung der benachbarten Metalle zu einer lokalen Erhöhung der Gasabgabe kommen, die nicht mehr den Rest der Vakuumkammer repräsentiert.

Des Weiteren können die emittierten Elektronen auf die Oberfläche der Vakuumapparatur mit ausreichender Energie auftreffen, um dort Spezies wie atomare Ionen, z. B. F^+ , Cl^+ und O^+ zu desorbieren. Meist werden die Ionen von den Gittern oder Wänden der Ionenquelle freigesetzt und erscheinen dann im Massenspektrum als Artefakte des Messprozesses [21]. Diese durch Elektronenstimulierte Desorption (ESD) freigesetzten Ionen können dadurch erkannt werden, dass man die Ionenenergie reduziert und die Abnahme der Ionenströme beobachtet. Peaks, die nicht so stark an Intensität verlieren wie typische Ionen aus der Gasphase, stammen von ESD-Ionen. Die im Spektrum zu beobachtenden ESD-Ionen verlassen nämlich die Oberfläche mit einer gewissen Anfangsenergie und werden deshalb auch dann noch durch das Massenfilter hindurchgelassen, wenn Ionen aus der Gasphase wegen ihrer niedrigeren Energie bereits zurückgestoßen werden. Der Nachweis von F und Cl in Form von ESD-Ionen legt nahe, dass einige Teile des Vakuumsystems irgendwann in ihrer Vergangenheit Freonen oder anderen Chemikalien ausgesetzt waren, die F oder Cl enthalten.

Die thermischen und ESD-Artefakte sind insbesondere bei UHV- und XHV-Anwendungen zu beachten. Die Maßnahmen zur Reduktion der Wasserdesorption beinhalten die Installation einer Kupfer-Wärmesenke zum Abtransport der Heizfadenwärme [22, 23] sowie Anodengitter aus feinem, Pt-beschichtetem Draht oder Pt-Ir-Draht zur Minimierung von ESD [24, 25] (siehe Abb. 8).

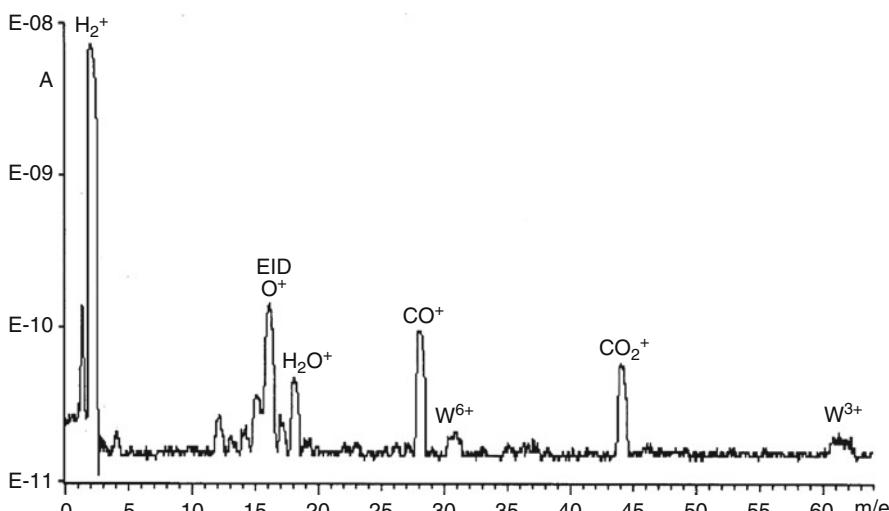


Abb. 8 Massenspektrum aufgenommen in einem XHV-System bei $2 \cdot 10^{-10}$ Pa. Neben dem in diesem Druckbereich dominierenden Peak von H_2^+ sind weitere Restgaskomponenten sowie durch ESD erzeugte Ionen auf den Massen 16 (O^+), 19 (F^+) und 35 (Cl^+) zu erkennen [24]

Weitere durch die Heizfäden hervorgerufene Reaktionen beinhalten die Bildung von HD und/oder HT, sofern D2 und/oder T2 vorhanden sind. Die Bildung erfolgt über Isotopen-Austausch direkt am heißen Filament oder an heißen Wand-Oberflächen [26].

2.4 Massen-Analysatoren

Das gebräuchlichste Massenspektrometer für Partialdruck-Messungen im Vakuum-System ist das Quadrupol-Massenspektrometer. Es ist in vielen verschiedenen Massenbereichen und Stabgrößen erhältlich, die sich in Leistung und Betriebsdruck unterscheiden. Kleine magnetische Massenspektrometer werden häufig für die (Helium-)Lecksuche eingesetzt (siehe ► Kap. 27, „Leckdetektoren“) und nur in geringem Umfang für die Restgasanalyse. Weitere kleine Massenspektrometer beruhen auf dem $E \cdot B$ -Zykloiden-Massenspektrometer [27, 28] und dem Omegatron [29, 30]. Zurzeit ist allerdings keines dieser Geräte kommerziell erhältlich. Flugzeit-Massenspektrometer (Time-of-Flight, TOF) werden häufig für die schnelle Analyse von Kohlenwasserstoffen mit hohem Molekulargewicht in Arzneimitteln und Bio-Molekülen eingesetzt. Kleine TOF-Massenspektrometer wurden für tragbare Analysegeräte gebaut, für die Restgasanalyse werden sie derzeit aber nicht benutzt [31]. In diesem Abschnitt werden daher nur der Aufbau und die Funktionsweise des Quadrupol-Massenspektrometers und des magnetischen Sektorfeld-Massenspektrometers beschrieben. Beide werden häufig in Restgasanalysatoren für die Vakuum-Analyse eingesetzt.

2.4.1 Quadrupol-Massenanalysator

Im Idealfall besteht ein Quadrupol-Massenspektrometer (QMS) oder Massenfilter aus vier hyperbolischen Stab-Elektroden, die jeweils um 90° versetzt zueinander angeordnet sind und somit ein reines Quadrupolfeld in der Achse des Analysators erzeugen [32]. Ein Analysator mit hyperbolischen Stäben wird zwar bei einem Miniatur-Massenspektrometer eingesetzt [33], aber weitaus die meisten Massenspektrometer werden mit runden Stäben hergestellt. Alle Stäbe sind mit einer Spannungsquelle verbunden wie in Abb. 9 gezeigt. Diese Spannung setzt sich zusammen aus einer Gleichspannung DC , einer Wechselspannung RF mit einer Frequenz $f = \omega/2\pi$ und einer konstanten Spannung für die Achse des Analysators. (Feldachse, FA). Die Energie der Ionen, die in das Massenspektrometer eingeschossen werden und dort entlang der Achse fliegen, wird durch das Anodenpotenzial und das Feldachsenpotenzial FA bestimmt und beträgt typischerweise 5 eV–15 eV.

Die an den Stäben anliegenden RF - und DC -Spannungen wirken auf die fliegenden Ionen ein und zwingen diese zu Schwingungen und Ablenkungen senkrecht zu ihrer Flugbahn, wie im Ionen-optischen Modell eines Quadrupols in Abb. 10 verdeutlicht wird (berechnet von D. Dahl mit SIMION 3D, Version 7.0). Für Ionen, die vollständig durch das Stabsystem hindurchfliegen sollen, muss die Schwingungsamplitude r immer kleiner als r_0 sein. Ansonsten treffen sie auf einen Stab auf und

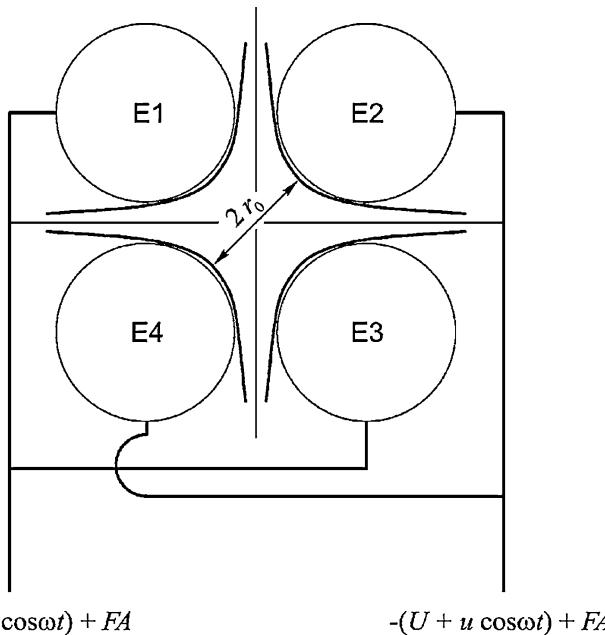


Abb. 9 Schema der Elektrodenanordnung in einem Quadrupol-Massenfilter mit hyperbolischen und mit runden Stäben. Runde Stäbe stellen eine vernünftige Annäherung an das Optimum dar und erzeugen ein sehr gut angenähertes elektrisches Quadrupol-Feld. Die gegenüberliegenden Stäbe E1 und E3 sind mit der einen Polarität der RF/DC Spannung und die Stäbe E2 und E4 mit der entgegengesetzten Polarität verbunden

erhalten dort wieder ein Elektron; das ihre Ladung neutralisiert und bewirkt, dass das Ion wieder als neutrales Teilchen in die Gasphase zurückkehrt.

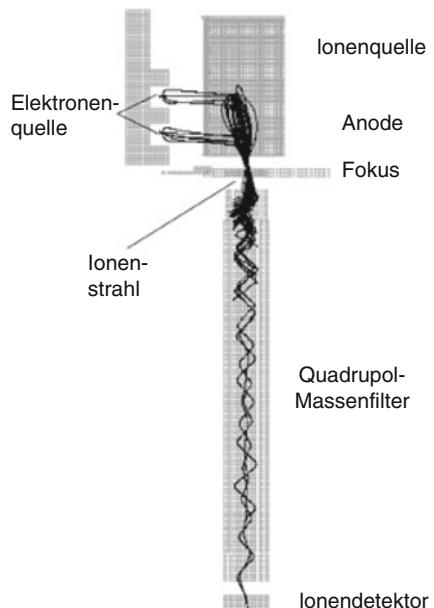
Zu beachten ist in Abb. 10, dass die meisten Ionen bereits am Anfang des Stabsystems verloren gehen. Nur ein kleiner Teil (einige wenige Prozent) der in der Ionenquelle gebildeten Ionen wird tatsächlich bezüglich seiner Masse analysiert und letztendlich im Detektor nachgewiesen. Dieser große Ionenverlust, der hauptsächlich durch die Einschussbedingungen der Ionen in den Analysator beeinflusst werden kann, ist die Ursache dafür, dass die Empfindlichkeit eines typischen RGA mit $\Delta m = 1$ rund $1 \cdot 10^{-6}$ A/Pa ist, wohingegen eine Totaldruckmessröhre bei vergleichbarem Elektronenstrom eine Empfindlichkeit von $1 \cdot 10^{-4}$ A/Pa aufweist.

Die Bahnen der Ionen im Quadrupol werden durch die Lösungen der Mathieu'schen Differentialgleichungen [34] beschrieben. Der Stabilitätsbereich wird durch die beiden folgenden Gleichungen charakterisiert.

$$\begin{aligned} a &= 8\xi eU/(Mr_0^2\omega^2) & \text{oder } a &= 0.194\xi U/(mr_0^2f^2) \\ q &= 4\xi eu/(Mr_0^2\omega^2) & \text{oder } q &= 0.097\xi u/(mr_0^2f^2) \end{aligned} \quad (6)$$

wobei ξ den Ladungszustand des Ions angibt, (\pm) U das an benachbarten Stäben anliegende Gleichspannungspotenzial, u die Maximalspannung der an den Stäben

Abb. 10 Mithilfe eines Programmes zur Berechnung von Ionenoptiken bestimmte Elektronen- und Ionenbahnen in der Ionenquelle und im anschließenden Quadrupol-Massenfilter. Zu erkennen ist, dass die meisten Ionen bereits nahe beim Eintritt in das Massenfilter aussortiert werden. Nur diejenigen Ionen, die die korrekte Masse, den richtigen Entstehungsort und die richtige Geschwindigkeit besitzen, finden erfolgreich den oszillierenden Weg durch das Quadrupolfilter zum Detektor



anliegenden Wechselspannungen RF , M [kg] die tatsächliche Masse, m [amu] die relative Masse und $\omega = 2 \pi f$, wobei f die Frequenz der Wechselspannung RF definiert.

Abb. 11 zeigt die durch die beiden Gl. 6 beschriebene stabile Region. Für konstante Peakbreite Δm (den üblichen Betriebszustand eines QMS) ist die am Quadrupol anliegende Spannung

$$V = U + u \cos \omega t \quad (7)$$

wobei das Verhältnis $a/q = 2 U/u$ konstant gehalten wird und im Bereich $0 \leq U/u \leq 0,336$ liegt.

In Abb. 11 wird als Beispiel die Scan-Linie mit der Steigung $a/q = 0,283$ gezeigt, wobei die RF -Amplitude u variiert und die Gleichspannung so geregelt wird, dass immer $U = 0,283 u/2 = 0,1415 u$ gilt. Dies ermöglicht die Transmission eines kleinen Teiles aller Ionen und ergibt eine Ionentransmissionskurve, die um die Masse m mit der Kurvenbreite Δm zentriert ist. Die Fläche zwischen der Scan-Linie und der Spitze ($a = 0,237$; $q = 0,706$) ist proportional zur Empfindlichkeit des QMS. Sobald sich das Verhältnis der Scan-Linie a/q dem Wert 0,336 nähert, werden die Peaks sehr schmal, bei immer weiter abnehmender Empfindlichkeit. Im Allgemeinen gilt für ein QMS, dass das Produkt aus dem Auflösungsvermögen des Massenfilters $\Delta m/m$ und der Empfindlichkeit K , eine Konstante ist. Dies bedeutet weiter, dass für $\Delta m = 1$ gilt $K = \text{const.} /m$. Das Ergebnis dieser Voraussage ist in Abb. 12 dargestellt, in der die Empfindlichkeiten für häufig vorkommende Gase im Verhältnis zur Empfindlichkeit für Stickstoff $K(\text{N}_2)$ dargestellt sind. Gezeigt ist der Transmissionsfaktor

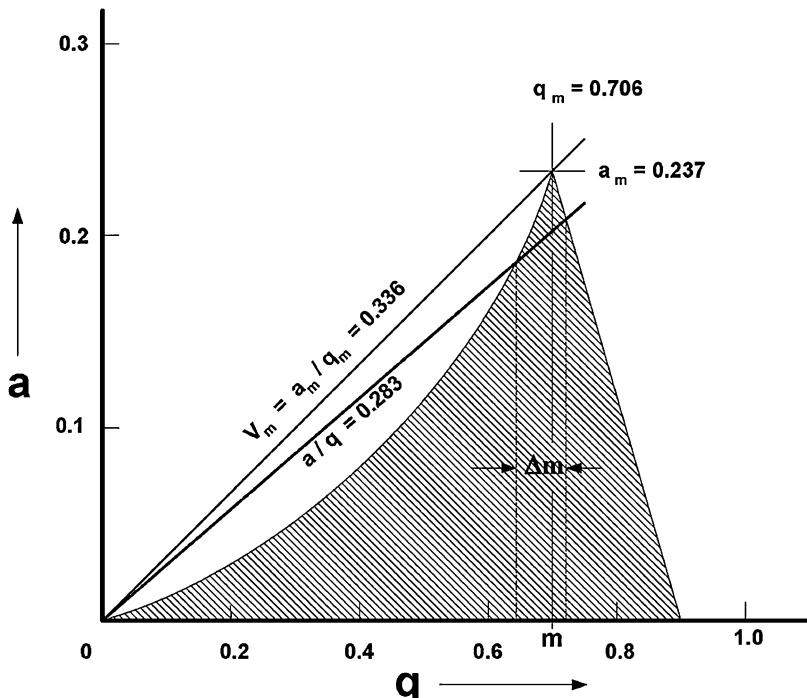


Abb. 11 Diagramm von a in Abhängigkeit von q , das den Stabilitätsbereich eines Quadrupol-Massenfilters zeigt. Es können nur solche Ionen durch das Massenfilter hindurchfliegen, die die durch den schraffierten Bereich definierten Parameter erfüllen

$T(m) = 28/m$, der den theoretischen Einfluss des Massenfilters angibt und die tatsächlichen Transmissionen für verschiedene Gase. Die Abweichungen sind auf die unterschiedlichen relativen Ionisationswahrscheinlichkeiten (K_{relativ}) zurückzuführen. Die Ionenstrom-Transmission durch einen Quadrupol hängt vom Innenradius r_0 , der Stablänge, der Frequenz der Wechselspannung RF , der Ionenenergie und den Einschussbedingungen ab, unter denen die Ionen aus der Ionenquelle in das Quadrupol eingeschossen werden.

Beispiele kommerziell erhältlicher Quadrupol-Massenspektrometer werden in Abb. 13 gezeigt. Die Größenunterschiede ergeben sich hauptsächlich aus der Länge des Massenfilters und der Größe des Sekundärelektronen-Vervielfachers. Die hier gezeigten Beispiele sind für den Einbau in DN40CF-Flansche mit UHV-Verrohrungen konstruiert.

2.4.2 Miniaturisierte Quadrupol-Massenspektrometer

Eine wichtige Größe beim Betrieb eines Quadrupol-Massenspektrometers ist der Betriebsdruck. Die beschleunigten Ionen, die durch ein Gas fliegen, können mit diesem zusammenstoßen und somit verloren gehen, falls die mittlere freie Weglänge der Ionen kleiner ist als der Flugweg von der Ionenquelle zum Detektor. Der

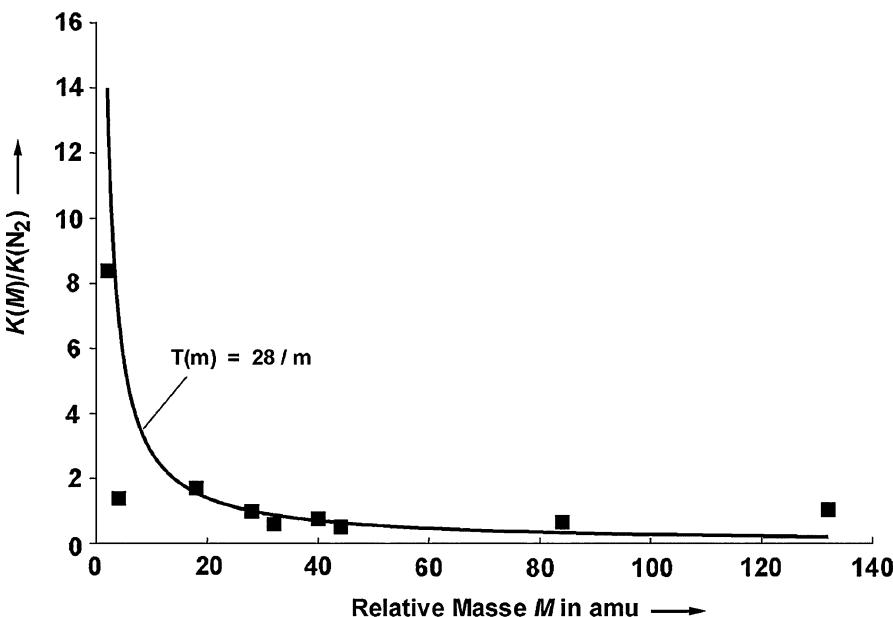


Abb. 12 Ionen-Transmission und relative Empfindlichkeit häufig vorkommender Gase: 2-H₂, 4-He, 18-H₂O, 28-N₂, 32-O₂, 40-Ar, 44-CO₂, 84-Kr und 129-Xe. Man beachte die außergewöhnlich hohe Empfindlichkeit für H₂. Die Empfindlichkeit für He ist ungefähr gleich groß wie für N₂, weil die hohe Ionen-Transmission (28/4) die niedrige Ionisationswahrscheinlichkeit (~1/7 derjenigen von N₂) vollständig ausgleicht

Flugweg in einem typischerweise für Restgasanalyse eingesetzten QMS mit 100 mm Stablänge beträgt ungefähr 250 mm. Dies bedeutet, dass bei einem Argon-Druck von $3 \cdot 10^{-2}$ Pa rund 63 % der Ionen durch Stöße verloren gehen. Um ein Quadrupol-Massenspektrometer mit offener Ionenquelle bei hohem Druck betreiben zu können, etwa zur direkten Analyse von PVD-(Physical Vapour Deposition) Prozessen, muss deshalb der Flugweg der Ionen unter gleichzeitiger Beibehaltung der Trenneigenschaften verkürzt werden. Ein Beispiel für ein solches QMS mit nur 12 mm langen Stabsystem [34] ist in Abb. 13 gezeigt. Der Nachweis für den erweiterten Druckbereich wird in Abb. 14 gegeben, das die Empfindlichkeit gemessen mit dem Faraday-Detektor in Abhängigkeit vom Totaldruck sowohl für ein standardmäßiges RGA als auch für ein miniaturisiertes (Hochdruck-)RGA zeigt. Zu beachten ist, dass die Empfindlichkeitsabnahme bereits bei niedrigerem Druck als durch die Streuung vorhergesagt einsetzt. Dieser Empfindlichkeits-Verlust ist zum einen darauf zurückzuführen, dass durch den Aufbau von Raumladungen die Extraktionspotenziale abgeschirmt werden und dass zum anderen ein Teil des Ionenstrahls durch Coulomb-Effekte vor dem Eintritt in das Massenfilter zurückgestoßen wird [35–38]. Es ist in dieser Figur auch zu erkennen, dass der Nachteil des höheren Betriebsdrucks eine niedrigere Empfindlichkeit ist. Diese resultiert aus der

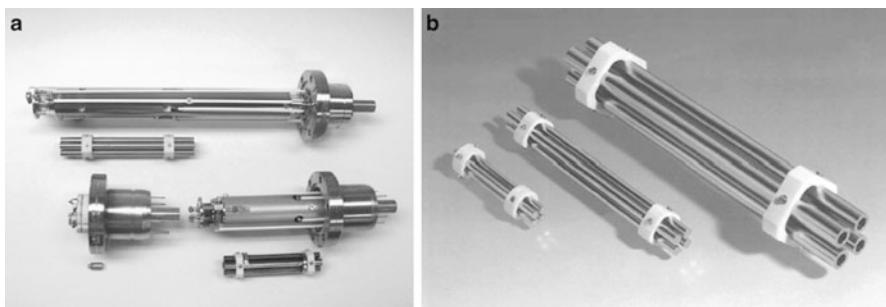


Abb. 13 Linkes Bild: Beispiele kleiner QMS, mit ihren zugehörigen Massenfiltern gezeigt. Im Uhrzeigersinn von oben: Ein 300-amu-Analysator mit offener Ionenquelle, 6 mm Stabdurchmesser und 130 mm Stablänge und offener Ionenquelle, ein kompakter 100-amu-Analysator mit 6 mm · 90 mm Stabsystem und einem kleinen Microchannel-Plate-Elektronenvervielfacher und ein Hochdrucksensor mit 12 mm langen, hyperbolischen Stäben. Rechtes Bild: Stabsysteme mit den folgenden Abmessungen: 6 mm · 100 mm, 8 mm · 200 mm und 16 mm · 300 mm. Die großen Sensoren erlauben den Betrieb bis zu hohen Massen (>2000 amu) und zeigen aufgrund ihres größeren r_0 höhere Transmission und Empfindlichkeit als kleinere Systeme (mit freundlicher Genehmigung von INFICON, Inc.)

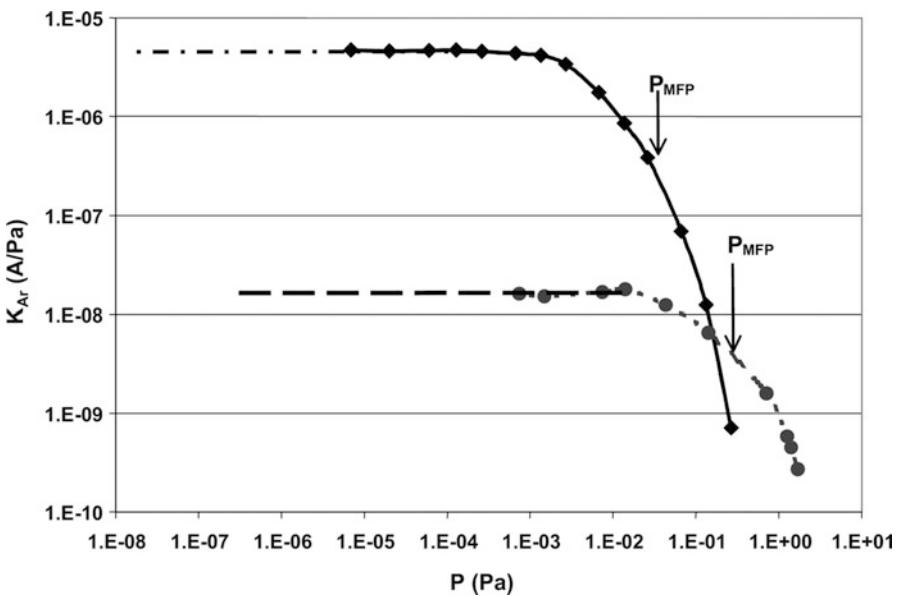


Abb. 14 Empfindlichkeit in Abhängigkeit von Druck für ein Standard-RGA (■) und ein Hochdruck-RGA (●). Für jedes RGA ist diejenige mittlere freie Weglänge (MFP) angegeben, die dem gesamten zurückgelegten Weg eines Ions zwischen Ionenquelle und Detektor entspricht. Der bereits bei niedrigerem Druck auftretende Empfindlichkeitsabfall ist auf Raumladungseffekte in der Ionenquelle und Ionen-Rückstoß-Effekte am Eintritt in den Analysator zurückzuführen

Skalierung von r_o und L um einen Faktor 1/10, was die Fläche des für Ionentransmission zur Verfügung stehenden Quadrupol-Eintrittes um den Faktor 1/100 reduziert.

Somit wird aus der typischen Empfindlichkeit von $2 \cdot 10^{-6}$ A/Pa nur noch $2 \cdot 10^{-8}$ A/Pa für das Hochdruck-RGA. Dieser Nachteil wird durch die Möglichkeit zum Betrieb bei hohem Druck wieder ausgeglichen. Betreibt man das Hochdruck-RGA mit seiner nominellen Empfindlichkeit von $1,3 \cdot 10^{-8}$ A/Pa bei einem Druck von 0,5 Pa, so resultiert ein Ionenstrom von $1 \cdot 10^{-8}$ A; der identisch ist mit dem Ionenstrom eines Standard-RGA, das mit einer nominellen Empfindlichkeit von $5 \cdot 10^{-6}$ A/Pa bei einem Druck von $2 \cdot 10^{-3}$ Pa betrieben wird.

Es gibt eine ganze Reihe von Ansätzen für Miniatur-Quadrupole oder Quadrupol-Felder zur Herstellung von RGAs, die bei einem Druck von 10^{-1} Pa und höher betrieben werden können. Sie sind in einem Übersichtsartikel von Badman und Cooks [39] zusammengefasst. Der in Abb. 13 und 14 beschriebene Quadrupol im Hochdruck-RGA ist eine Einheit aus Inconel und Keramik, wobei die hyperbolischen Stäbe in zusammengebautem Zustand durch Funkenerosion hergestellt wurden [40]. Bei einem anderen kommerziell erhältlichen Hochdruck-RGA werden die 4 Stäbe wie herkömmlich mechanisch gehalten und ausgerichtet. Ein dritter Ansatz ist, 16 Stäbe in einer Glas-Durchführung so zu montieren, dass sich daraus 9 parallel betriebene Quadrupole ergeben [41]. Ein ganz neues Verfahren besteht darin, in einem Silizium-Wafer mittels Mikro-Bearbeitung (Ätzen) exakte Strukturen zu erstellen, metallisierte Glasstäbe (Glasfasern) auf das Silizium zu kleben, diese mit Indium elektrisch zu kontaktieren und die Quadrupolstruktur dadurch zu erzeugen, dass man zwei solcher Platten gegenüberliegend mittels Abstandshaltern zusammenbaut [42, 43]. Das Ergebnis ist eine „Micro Electro-Mechanical Structure“ (MEMS), die als Grundlage für ein QMS dient. Eine weitere Entwicklung hat die MEMS-Konstruktion eines Wien'schen Massenfilters (gekreuztes elektrisches und magnetisches Feld) zum Ziel [44]. Diese MEMS-basierenden Miniatur-Massenspektrometer werden kontinuierlich weiterentwickelt und möglicherweise zukünftig kommerziell erhältlich sein.

Das anzustrebende Ziel für ein Hochdruck-RGA ist die Erzeugung eines Massenspektrums mit einer Auflösung von 1 amu Peakbreite und ausreichender Empfindlichkeit, um Ionenströme von Spurengasen nachweisen zu können, wie sie bei Plasmaprozessen im Druckbereich von rund 1 Pa auftreten können. Abb. 15 zeigt ein bei einem Druck von 0,7 Pa Argon aufgenommenes Spektrum eines Hochdruck RGAs, dessen Empfindlichkeit in Abb. 14 angegeben ist. Der Ionennachweis erfolgte mit einem Faraday-Detektor und zeigt für die Grundlinie einen Rauschpegel von rund 10 ppm.

2.4.3 Magnetische Sektorfeld Massenspektrometer

Eine zweite wichtige Variante von Massenanalysatoren für kleine Massenspektrometer ist das magnetische Sektorfeld. Magnetische Sektorfeld-Massenspektrometer werden bereits seit Jahrzehnten für hochauflösende Massenspektrometrie eingesetzt. Das Interesse an Sektorfeldern für kleinere Massenspektrometer hatte mit dem Erfolg des Quadrupol-Massenspektrometers stark nachgelassen, ist aber in jüngster Zeit wieder aufgekommen, da nun Seltene-Erd-Permanentmagnete verfügbar sind,

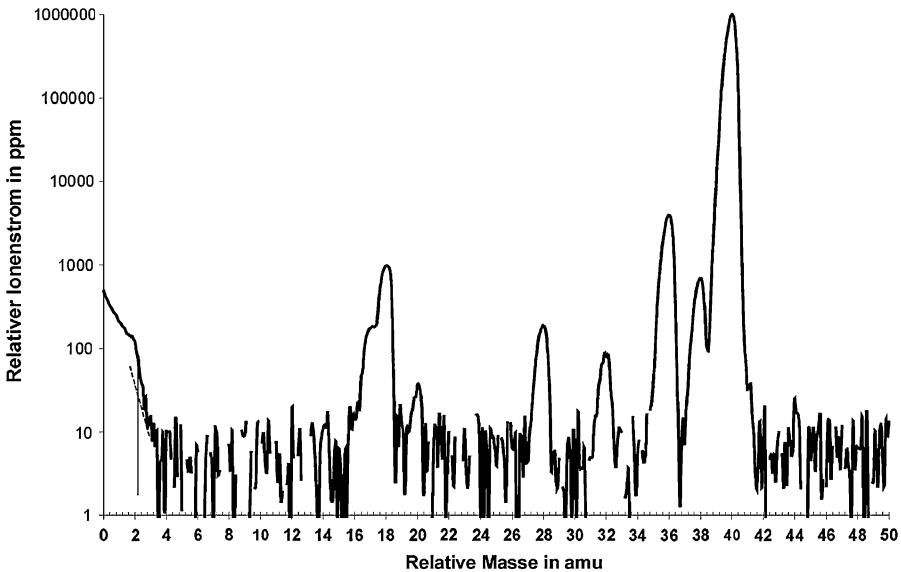


Abb. 15 Analogscan von Argon bei einem Druck von 0,7 Pa, aufgenommen mit einem Hochdruck-RGA mit Faraday-Detektor. Das Spektrum wurde mit einem 18 mm langen hyperbolischen Quadrupol mit $r_0 = 0,5$ mm aufgenommen, die Elektronenenergie betrug 40 eV bei 200 μ A Emissionsstrom, die Ionenenergie lag bei 8 eV beim Eintritt in das Quadrupol

die sehr hohe Magnetfelder (z. B. 1 T) bei zwar kleinen, aber trotzdem noch sinnvollen Polabständen erzeugen.

Ein magnetisches Sektorfeld-Massenspektrometer trennt Ionen durch magnetische Ablenkung. Die in einer Ionenquelle gebildeten Ionen werden hierzu mittels einer Spannung U in das magnetische Sektorfeld beschleunigt. Jedes Ion hat somit die Energie

$$\xi eU = \frac{1}{2}mv^2 \quad (8)$$

wobei ξ der Ladungszustand des Ions der Masse m ist und v dessen Geschwindigkeit. Das Ion, das sich durch das Magnetfeld in einer Ebene senkrecht zu den Magnetfeldlinien bewegt, erfährt hierbei eine magnetische Kraft in Richtung des Zentrums des Sektorfeldes. Diese Kraft beträgt

$$\xi evB = \frac{mv^2}{R} \quad (9)$$

wobei B die magnetische Feldstärke und R derjenige Radius ist, der die Bahn des Ions im homogenen Magnetfeld beschreibt. Durch Elimination von v in den beiden obigen Gleichungen erhält man die Beziehung zwischen Radius R , Magnetfeldstärke B , Ionen-Beschleunigungsspannung U und dem Masse-zu-Ladungsverhältnis m/e

$$\frac{m}{\xi e} = \frac{R^2 \cdot B^2}{2U} \quad (10)$$

Dies ist die grundlegende Gleichung für ein einfacher fokussierendes magnetisches Sektorfeld-Massenspektrometer. Jüngst wurde eine Entwicklung vorgestellt, in der ein zusätzlicher elektrostatischer Sektor hinzugefügt wurde [45] (Abb. 16), der eine radial nach außen gerichtete Kraft auf die Ionen im Sektorfeld bewirkt. Die resultierende Kraft auf ein Ion ist somit

$$Mv^2/R = \xi evB - \xi eE, \quad (11)$$

wobei E das radiale elektrische Feld im Sektor angibt. Die Bedingung für Energiefokussierung ist dann erfüllt, wenn die nach innen gerichtete magnetische Kraft das Doppelte der nach außen gerichteten elektrostatischen Kraft auf das Ion ist, also

$$vB = 2E. \quad (12)$$

Löst man die Gleichungen durch Elimination von v wieder nach dem Masse-zu-Ladungsverhältnis m/e auf, ergibt sich

$$\frac{m}{\xi e} = \frac{R^2 \cdot B^2}{8U}. \quad (13)$$

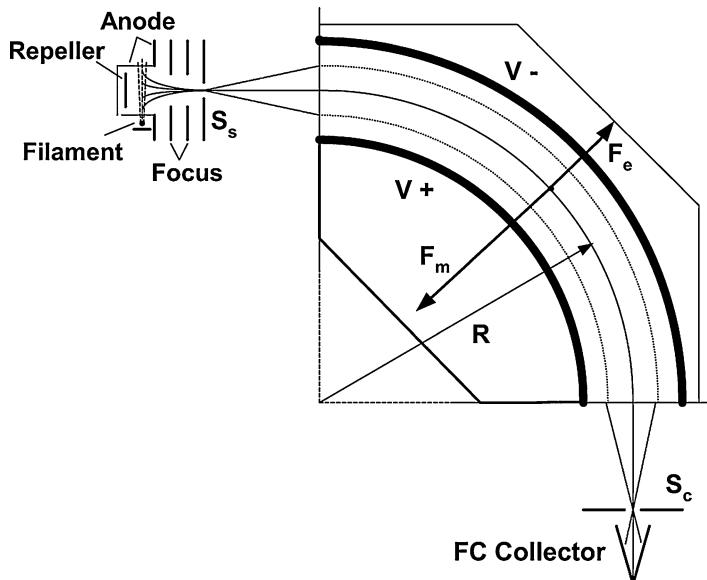


Abb. 16 Doppelfokussierendes magnetisches Sektorfeld-Massenspektrometer nach Diaz, Giese und Gentry. Die magnetischen Feldlinien treten senkrecht aus der Zeichnungsebene aus. (J. Am. Soc. Mass Spectrom. 2001, 12, 619–632). Mit freundlicher Genehmigung von Mass Sensors, Inc

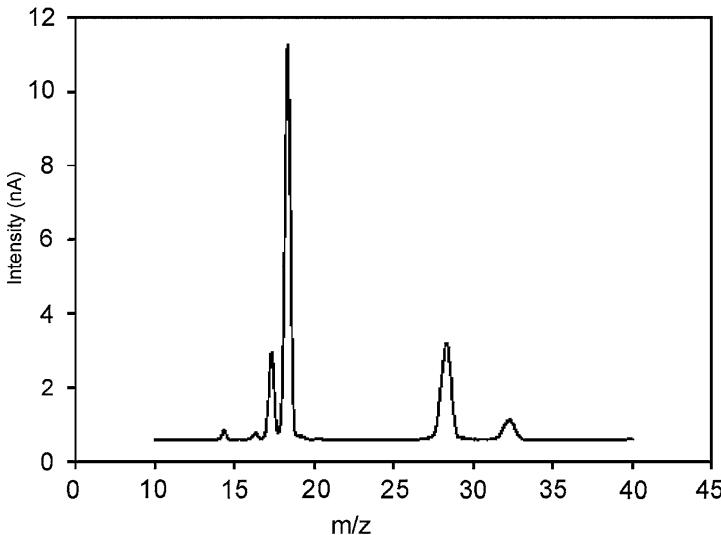


Abb. 17 Massenspektrum eines doppelfokussierenden magnetischen Sektorfeld-Massenspektrometers mit Radius $R = 8$ mm, magnetischer Feldstärke $B = 1$ T und Schlitzbreiten $S_s = 0,1$ mm und $S_c = 0,2$ mm. Das mit einem Sekundär-Elektronenvervielfacher bei einer Verstärkung von 1000 aufgenommene Spektrum zeigt Restgaspeaks in einem Vakuumsystem bei $1 \cdot 10^{-4}$ Pa

In der Praxis bedeutet dieses Ergebnis, dass in einem doppelt fokussierenden Sektorfeld mit Radius R und Magnetfeldstärke B die Ionenenergie nur 1/4 derer in einem einfach fokussierenden Sektorfeld ist. Die theoretisch erreichbare Auflösung wird hierbei um den Faktor 2 gegenüber derjenigen eines einfach fokussierenden Sektorfeldes verbessert. Sie ist gegeben durch

$$A = \frac{m}{\Delta m} = \frac{2R}{S_s + S_c}, \quad (14)$$

wobei S_s und S_c die Schlitzbreiten an der Quelle bzw. am Kollektor angeben. Diese bestimmen auch wesentlich die Transmission durch das magnetische Sektorfeld.

Dieses Funktionsprinzip erlaubt beim Einsatz eines NdFeB-Permanent-Magneten mit 1 T Feldstärke den Bau eines kleinen magnetischen Sektorfeld-Massenspektrometers mit einem Radius $R = 8$ mm. Abb. 17 zeigt ein Massenspektrum, das mit einem derartigen Gerät aufgenommen wurde. Das Spektrum wurde durch Variation der in Gl. 12 definierten Ionen-Beschleunigungsspannung U verzeugt.

Das Auflösungsvermögen A eines magnetischen Sektorfeldes ist konstant. Dies bedeutet, dass die Schrittweite von U , mit der das Spektrum abgefahrt wird, von der Masse abhängig sein sollte. Geht man von Gl. 13 aus, so ergibt sich die Änderung der durchgelassenen Masse dm bei einer Änderung der Beschleunigungsspannung um dU zu

$$dm = \frac{-R^2 B^2 dU}{8U^2}, \quad (15)$$

wobei das negative Vorzeichen angibt, dass die Spannungsänderung dU negativ sein muss, um eine positive Massenänderung dm zu erreichen. Falls man die Peakbreite Δm gleichmäßig in jeweils X Schritte unterteilen möchte, so ergibt sich

$$dm = \frac{\Delta m}{X} = \frac{m}{A \cdot X}, \quad (16)$$

wobei A das Auflösungsvermögen angibt. Kombiniert man wieder die Gl. 15 und 16 und löst nach dU auf, erhält man

$$dU = -\frac{1}{AX} U. \quad (17)$$

Somit kann man nach der Wahl der gewünschten Anzahl Schritte X pro Masseneinheit und mit der bekannten Auflösung A aus Gl. 14 die Spannungsschritte so bestimmen, dass sich ein Massenspektrum wie in Abb. 17 ergibt.

2.5 Ionenfallen-Massenspektrometer

Eine weitere in den letzten Jahren kommerziell eingeführte Methode der Massentrennung ist das selbstresonante Ionenfallen-Massenspektrometer (ARTMS) [46–48]. Die Ionen werden in einer elektrostatischen Falle durch Elektronenstoßionisation gebildet und pendeln in dieser Falle, die durch eine Eintrittsscheibe und eine Austrittsscheibe mit einer dazwischen befindlichen Zentralscheibe gebildet wird (Abb. 18).

Die Elektronen werden durch einen Heizfaden erzeugt und treten oben durch die Eintrittsscheibe in die Ionenfalle ein, wo sie die neutralen Gasteilchen ionisieren. Die gefangenen Ionen haben die maximale potentielle Energie (PE) vor der Eintritts- und Austrittsscheibe und die maximale kinetische Energie auf der Höhe der Zentralscheibe. Die Ionen werden pulsweise durch die Austrittsscheibe herausgeschossen, indem die Spannung an der Zentralscheibe mit einer Radiofrequenz (RF), die den Resonanzfrequenzen der interessierenden Massen entspricht, moduliert wird. Die Resonanzfrequenz, die den Ionen bei jedem Durchlauf durch die Zentralplatte zusätzliche Energie zuführt, ist proportional zu $(M/z)^{-1/2}$, wenn M die Masse und z den Ladungszustand des Ions bezeichnet. Der interessierende Massenbereich kann innerhalb von 100 ms mit der RF-Frequenz überstrichen werden (Messpuls). In der Ionenfalle können etwa 20.000 Ionen gespeichert werden, was den dynamischen Messbereich auf etwa zwei Größenordnungen für einen einzelnen Messpuls einschränkt. Mit wiederholten Messpulsen kann der Dynamikbereich auf etwa einen Faktor 1000 gesteigert werden.

Die Effizienz der Extraktion ist über den gesamten Massenbereich konstant, im Gegensatz zur Transmissionswahrscheinlichkeit eines Quadrupols (Abb. 12). Dadurch sind die in Tab. 1 angegebenen relativen Empfindlichkeiten hier nicht anwendbar.

Da die Ionen in der Falle aufgesammelt und bis zur Sättigung gespeichert werden, ist das detektierte Signal nicht linear zum Druck, auch wenn die gemessenen relativen Häufigkeiten der Gase genau den Häufigkeiten im Gas entsprechen. Um

den Partialdruck zu bestimmen, muss daher die relative Häufigkeit mit einem Totaldruck multipliziert werden. Dieser kann allerdings nur durch ein Ionisationsvakuummeter gemessen werden, dessen Signal wiederum von der Gaszusammensetzung abhängt.

Das ARTMS arbeitet am besten bei einem Druck von etwa 10^{-5} Pa (Abb. 19), aber kann auch Massenspektra im tieferen UHV messen. Die obere Grenze liegt bei etwa 10^{-3} Pa. Bei diesen Drücken liegt die Ionenproduktionsrate über der Extraktionsrate und die zusätzlichen Ionen erhöhen die Nulllinie.

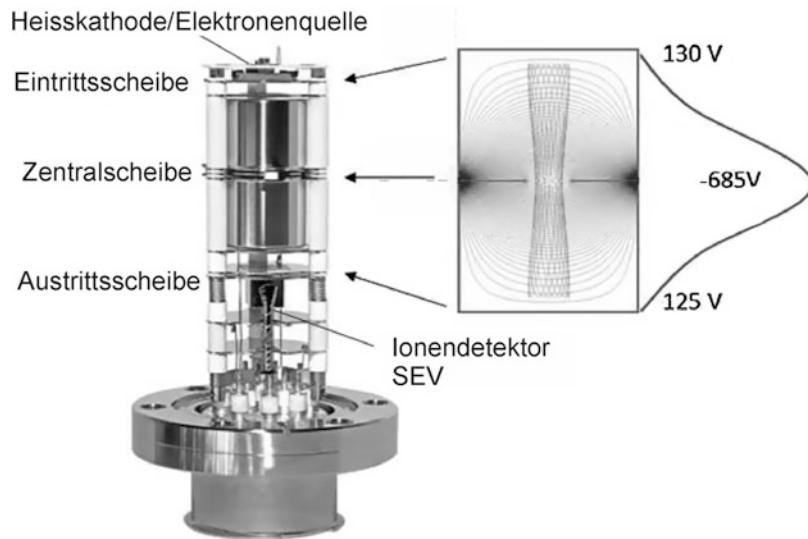


Abb. 18 Selbstresonantes Ionenfallen-Massenspektrometer (ARTMS). Mit freundlicher Genehmigung der Granville-Phillips Abteilung von MKS Instruments Inc

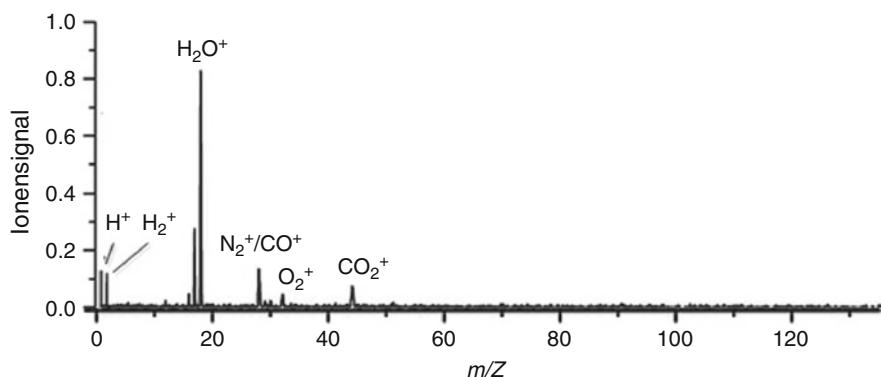


Abb. 19 Ein einzelner Massendurchlauf eines ARTMS über 80 ms bei einem Druck von 10^{-5} Pa. Mit freundlicher Genehmigung der Granville-Phillips Abteilung der MKS Instruments Inc

2.6 Ionendetektoren

Eine Schlüsselkomponente des Massenspektrometers ist das Nachweisystem zur Bestimmung des Ionenstromes der nach ihrer Masse getrennten Ionen. Es werden zwei grundlegende Typen von Nachweisystemen eingesetzt: Der Faraday-Detektor und der Sekundär-Elektronenvervielfacher (SEV). Innerhalb der Gruppe der SEVs gibt es verschiedene Varianten, die bei der Restgasanalyse eingesetzt werden.

2.6.1 Faraday-Detektor

Der Faraday-Detektor ist das einfachste System zur Messung von Ionenströmen, da es aus einer einfachen Nachweisplatte und einem Elektronenverstärker besteht. In Erinnerung an *Michael Faraday*, einen Physiker des 19. Jahrhunderts, der in seinen Experimenten elektrische Ladungen in einem Metallbecher aufsammelte, wird dieses System Faraday(Becher)-Detektor genannt. Der Nachweis von Ionen erfolgt dadurch, dass ein Elektronenstrom auf die Nachweisplatte fließt, um die Ladung der auftreffenden Ionen zu kompensieren. Dieser Elektronenstrom wird mittels eines geeigneten Elektrometerverstärkers gemessen. Die Zeitkonstante für einen derartigen Nachweis des Ionenstromes wird durch den Eingangswiderstand und die Gesamtkapazität der verschiedenen Komponenten bestimmt. Typische Zeitkonstanten liegen im Bereich $\tau = R \cdot C \asymp 0,1$ s. Die Nachweisgrenze eines Faraday-Detektors liegt typischerweise bei $3 \cdot 10^{-16}$ A ($2 \cdot 10^3$ Ionen/s), der Rauschgrenze moderner Feldeffekt-Transistoren (Prinzipschaltbild siehe Abb. 20) bei 1 s Integrationszeit. Der Faraday-Detektor stellt die einfachste und kostengünstigste Variante des Ionennachweises dar und wird deshalb hauptsächlich in Massenspektrometern des Niedrigpreis-Segmentes eingesetzt.

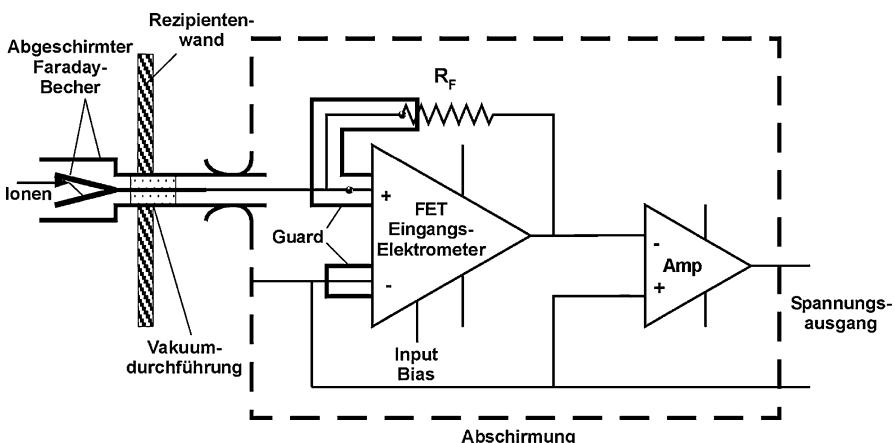


Abb. 20 Elektrometerverstärker zur Ankopplung an einen abgeschirmten und versenkten Faraday-Detektor. Zur Vermeidung von Störungen des Messsignals durch Einstreuungen von der Umgebung wird sowohl die Vakuum-Durchführung als auch der gesamte Elektrometerverstärker abgeschirmt

2.6.2 Sekundärelektronen-Vervielfacher

Für den Nachweis niedriger Partialdrücke und somit niedriger Ionenströme reicht die Nachweisgrenze des Faraday-Detektors oftmals nicht aus. Hier hilft der Einsatz eines SekundärElektronen-Vervielfachers (SEV) weiter, der die durch ein einzelnes, auf die Detektor-Flächen auftreffendes Ion ausgelösten Elektronen in einem mehrstufigen Prozess in einen größeren Elektronenstrom umwandeln kann. SEVs lassen sich durch ihre Verstärkung (das ist das Verhältnis des Ausgangselektronenstroms zum Ionenstrom am Eintritt des SEV) sowie durch das hierbei auftretende Rauschen charakterisieren. In Abhängigkeit von der Konstruktion und der Betriebsspannung resultieren Verstärkungen zwischen 10^2 und 10^7 . Drei verschiedene Varianten von SEVs werden bei der Restgasanalyse eingesetzt: SEVs mit diskreten Dynoden, mit kontinuierlichen Dynoden und sogenannte Microchannel Plates mit einer Vielzahl parallel angeordneter kontinuierlicher Dynoden. Von jedem dieser Typen gibt es wieder Varianten, die entweder für die analoge Stromverstärkung oder für Ionenzählung optimiert sind. Im analogen Modus wird über die angelegte Hochspannung eine feste Verstärkung im Bereich von 10^2 bis 10^6 eingestellt. Der Ausgangsstrom ist dann dem Eingangstrom linear proportional. Die Elektronen stammen von der Widerstands-Schicht, die auf der Oberfläche der Dynodenkette bzw. der inneren Oberfläche des SEVs aufgebracht ist und durch die ein Strom fließt. Der Dynodenstrom bestimmt sich aus der angelegten Hochspannung (1 bis 3,5 kV) in Abhängigkeit von SEV-Typ, dividiert durch den Widerstand der Dynode ($\sim 100 \text{ M}\Omega$). Bei sehr hohen Ionen- und Elektronenströmen kann es zu einer geringeren Verstärkung kommen, als sie durch ein lineares Verhalten zu erwarten wäre. Grund für diesen Signalabfall ist die Abreicherung der Elektronen in der stromführenden Dynodenschicht, sobald der Ausgangsstrom über einige Prozent des Dynodenstroms steigt. Die typische Obergrenze des Ausgangstromes von analog verstärkenden SEVs liegt bei 10^{-6} bis 10^{-5} A (bei einem gewissen Signalabfall), während die Nachweisgrenze durch das Eigenrauschen und das Rauschen des Elektrometerverstärkers bei $< 10^{-13} \text{ A}$ liegt. Somit ergibt sich ein nutzbarer dynamischer Bereich für Ionenstrommessungen von $> 10^7$.

Für den Ionenzählbetrieb optimierte SEVs zeigen sehr hohe Verstärkungen ($\sim 10^7$), so dass jedes auftreffende Ion einen großen Elektronenpuls am Ausgang erzeugt. Diese Pulse können verstärkt werden und mittels eines Diskriminators von Rauschsignalen unterschieden werden. Der gemessene Ionenstrom ist somit linear mit der Zählrate korreliert. Aber auch hier gibt es bei hohen Zählraten Abweichungen von der Linearität und zwar dann, wenn bei hohen Zählraten bereits ein zweites Ion während der Totzeit, τ , auftrifft. Die Totzeit setzt sich aus der Pulsbreite und der zur Registrierung benötigten Zeit zusammen und beträgt typischerweise $\sim 10 \text{ ns}$. Somit bestimmt sich die beobachtete Ionenzählrate zu

$$I_{\text{gemessen}} [\text{s}^{-1}] = I \cdot (1 - I\tau) \quad (18)$$

oder für niedrige Zählraten

$$I [\text{s}^{-1}] \asymp \frac{I_{\text{gemessen}}}{1 - I_{\text{gemessen}} \cdot \tau}$$

Für $\tau = 10$ ns entspricht eine gemessene Zählrate von 10^7 s^{-1} rund 90 % der tatsächlichen Zählrate. Dies wiederum entspricht einem Ionenstrom von $10^7 \text{ s}^{-1} \cdot 1,6 \cdot 10^{-19} \text{ C} = 1,6 \cdot 10^{-12} \text{ A}$, was somit eine typische obere Grenze für die Messung mit SEVs im Ionenzählbetrieb darstellt. Für ein RGA mit einer Empfindlichkeit von $5 \cdot 10^{-6} \text{ A/Pa}$ entspricht dies einer Obergrenze für den Druck von $3 \cdot 10^{-7} \text{ Pa}$. Der große Vorteil der Ionenzähltechnik besteht in dem extrem niedrigen Rauschpegel, wenn keine Ionen auf den SEV auftreffen. Typische Dunkelzählraten liegen bei $< 1 \text{ s}^{-1}$ und sind durch gestreute Photonen und die kosmische Strahlung bedingt. Diese Zählrate entspricht einer Nachweisgrenze von $5 \cdot 10^{-14} \text{ Pa}$ und prädestiniert solche Systeme für XHV-Anwendungen in Beschleunigern und Elektronen-Synchrotron-Speicherringen.

2.6.3 SEV mit diskreten Dynoden

Der prinzipielle Aufbau eines SEVs mit diskreten Dynoden wird in Abb. 21 gezeigt. Die Anzahl der Dynoden variiert zwischen 9 für Miniatur-SEVs für analoge Verstärkung und bis zu 17 für SEVs [49] mit niedrigem Rauschen und hoher Verstärkung, wie sie für den Zählbetrieb eingesetzt werden. Die Dynoden sind zumeist aus Cu-Be (2 %) oder Ag-Mg (2 %-4 %) gefertigt. Sie werden in einer sauerstoffhaltigen Atmosphäre „aktiviert“, so dass sich stabiles Berylliumoxid (bzw. Magnesiumoxid) auf der Oberfläche bildet, das die Sekundärelektronen-Ausbeute bestimmt (Abb. 22). Diese Schicht wird während der Lebensdauer chemisch oder durch Kontamination verändert, so dass sich eine Änderung (zumeist Abnahme) der Verstärkung ergibt. Die Elektronenverstärkung G des SEV hängt von zwei Faktoren ab:

1. der Konversionsrate der Ionen, die auf die erste Dynode (bei einem kontinuierlichen SEV den Auftreffpunkt) treffen in Elektronen. Die Anzahl der erzeugten Elektronen P liegt üblicherweise zwischen 1 und 5 und hängt von der Ionenenergie, der Masse, der Molekülstruktur und dem Ionisationspotenzial der auftreffenden Gasart ab.

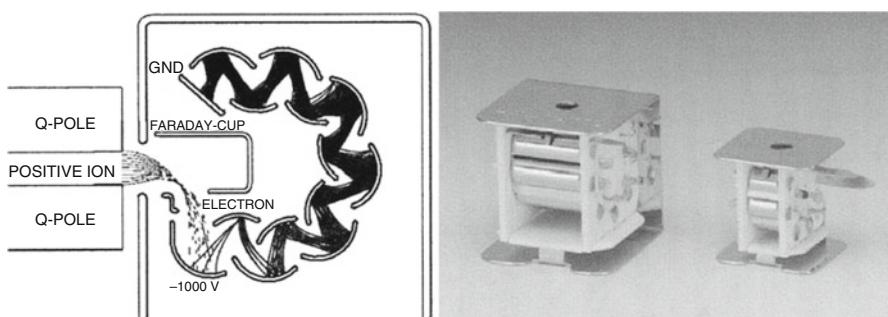
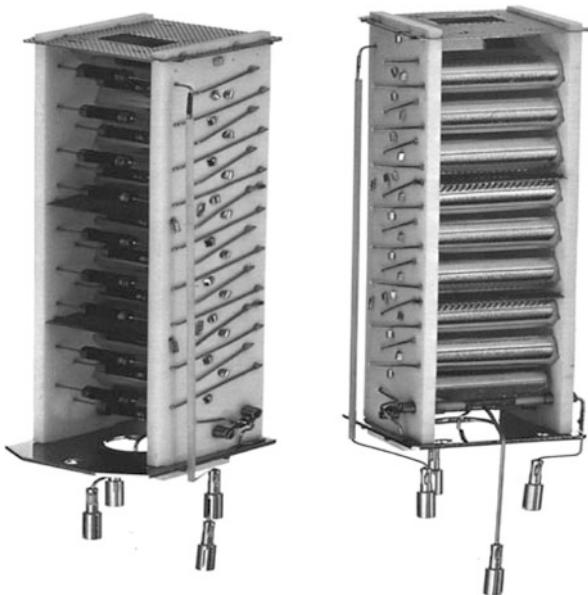


Abb. 21 Miniaturisierte Version eines SEV mit diskreten Dynoden mit integriertem Faraday-Detektor für den Einsatz in kleinen Massenspektrometern. Die Kantenlänge des kleineren Systems beträgt nur rund 10 mm. (Mit Genehmigung von Hamamatsu Corporation)

Abb. 22 SEV mit 17 diskreten CuBe-Dynoden. Die Widerstandskette aus individuellen $1\text{-M}\Omega$ -Widerständen ist in der rechten Bildhälfte gut zu erkennen. Der SEV ist ohne Anschlüsse 90 mm hoch. Mit Genehmigung der INFICON AG



2. der Elektronenverstärkung q pro Stufe, die abhängig ist von der Beschleunigungsspannung zwischen den einzelnen Stufen.

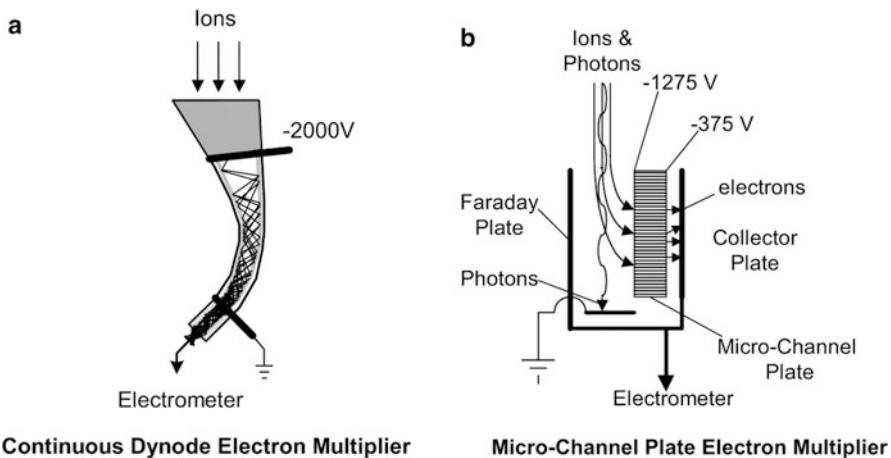
Dieses Verhalten lässt sich folgendermaßen beschreiben

$$G = p \cdot q^n \quad (19)$$

wobei n die Anzahl der diskreten Dynoden angibt, die auf die anfängliche Konversionsdynode folgen.

2.6.4 SEV mit kontinuierlicher Dynode

Bei einem SEV mit kontinuierlicher Dynode wird diese durch eine Widerstandsschicht ($\sim 10^8 \Omega$) auf der Innenseite eines gebogenen und trichterförmigen Glasrohrs gebildet. Sie ist über die Enden des Rohres an der Außenseite weitergezogen, so dass die elektrischen Verbindungen für Hochspannung und Erde realisiert werden können (Abb. 23). Die Widerstandsschicht ist chemisch weitestgehend stabil und absorbierte Gase werden durch kontinuierlichen Gebrauch immer wieder desorbiert, so dass eine stabile Verstärkung über lange Zeiträume resultiert. Zwischen dem Hochspannungs- und dem Erdanschluss auf der Außenseite befindet sich eine isolierende Strecke zur Trennung der beiden Potenziale. Die am Ende des Trichters angelegte Hochspannung liegt zwischen -1000 V und -3000 V mit einem resultierenden Strom von $10 \mu\text{A}$ bis $40 \mu\text{A}$ durch die Widerstandsschicht [50]. Hierdurch ergibt sich ein Potenzialgefälle innerhalb des Trichters. Durch diesen Gradienten



Continuous Dynode Electron Multiplier

Micro-Channel Plate Electron Multiplier

Abb. 23 Prinzip der Elektronenvervielfachung in einem SEV mit kontinuierlicher Dynode (*links*) und einem Multi Channel Plate (MCP, *rechts*). Das MCP ist als Einheit mit einem außerhalb der Achse angeordneten Faraday-Detektor und einem Photon-Beam-Stop in der Achse gebaut. Im Faraday-Detektor-Modus wird der Eingang des MCP auf das Anodenpotenzial gelegt, so dass die Ionen auf den Faraday-Detektor umgelenkt werden. Die störende Nulllinienverschiebung durch aus der Ionenquelle stammende Photonen und die von ihnen ausgelösten Foto-Elektronen wird so wirksam ausgeschaltet [51]

werden die Sekundärelektronen sowohl transportiert als auch verstärkt und zwar vom ersten Ion-zu-Elektron Konversionsereignis bis zum Auftreffen auf die Kollektorplatte. Diese ist mit einem Elektrometerverstärker zur Messung des Stromes verbunden. Der Elektronen-Ausgangsstrom ist um einen Faktor 10^2 bis 10^6 höher als der Ionenstrom am Eingang. Somit kann er mit einem Elektrometerverstärker nachgewiesen werden, der mit einem kleineren Eingangswiderstand ausgerüstet ist als es für einen Faraday-Detektor notwendig ist. Somit lassen sich kürzere Zeitkonstanten und verbesserte Signal/Rausch-Verhältnisse realisieren. Der SEV kann durch hohe eintreffende Ionenströme sowie durch hohe Elektronenströme an Verstärkung verlieren. Dieser Verlust beträgt rund einen Faktor 10 bei einer integrierten Elektronenladung von $1000 \mu\text{Ah}$. Zusätzliche Verluste ergeben sich auch aus Ablagerungen auf der Oberfläche, insbesondere von Kohlenwasserstoffen, entweder aus dem Ionenstrahl oder aus einem verunreinigten Vakuumssystem. Es ist deshalb von Vorteil, den SEV in einem sauberen Vakuumssystem zu betreiben, falls minimale Verunreinigungen und daraus folgend lange Lebensdauer erreicht werden sollen.

2.6.5 Microchannel Plate Detektor

Die Verstärkung eines SEVs mit kontinuierlicher Dynode hängt vom Verhältnis der Länge zum Durchmesser ab, wodurch eine Miniaturisierung ermöglicht wird. Die Kombination einer Vielzahl kleiner Kanäle ($5 \mu\text{m}$ – $25 \mu\text{m}$ Durchmesser) in einer ebenen Struktur ergibt ein sogenanntes Microchannel Plate (MCP). So bilden die parallel angeordneten winzigen SEVs mit kontinuierlicher Dynode einen kompakten

SEV zum Nachweis von Ionen. Die geringe Länge der Kanäle limitiert die angelegte Hochspannung auf maximal 1200 V, wodurch eine Verstärkung von bis zu 25.000 resultiert. In Abb. 23 ist der Aufbau eines MCP mit zusätzlichem Faraday-Detektor gezeigt [51]. Der Eingang des MCP liegt auf einem Potenzial von -1200 V, das Potenzial des Ausgangs wird zwischen -600 V und -50 V variiert, um die Verstärkung des MCP im Bereich zwischen 100 und 25.000 einzustellen. Die aus dem MCP austretenden Elektronen werden auf einem Elektronendetektor-Element gesammelt, das mit einem bipolaren Elektrometer-Verstärker verbunden ist. Das gezeigte System kann auch im Faraday-Detektor-Modus betrieben werden. Hierzu wird die Hochspannung am Eintritt des MCP weggeschaltet und stattdessen die Anodenspannung aufgeschaltet, wodurch die Ionen auf den Faraday-Detektor abgelenkt werden. Das Signal des bipolaren Elektrometers wird bei Messungen mit dem Faraday-Detektor invertiert, um wie bei Messungen mit dem MCP ein positives Signal bei der Ionenstrommessung zu erhalten. Der Verstärkungsfaktor G eines MCP kann durch die Messung des Signals eines (kleinen) Peaks sowohl im Faraday-Detektor Modus als auch im MCP-Modus bestimmt werden. Für eine korrekte Bestimmung wird für beide Detektoren jeweils nur die Netto-Peakhöhe nach Abzug einer eventuell vorhandenen Nullpunktsverschiebung berücksichtigt:

$$G = \frac{I_{\text{EM}} - BS_{\text{EM}}}{I_{\text{FC}} - BS_{\text{FC}}} \quad (20)$$

Wobei I_{EM} die Peakhöhe im MCP-Modus, BS_{EM} das Nullpunktssignal (Baseline) im MCP-Modus und entsprechend I_{FC} und BS_{FC} Peakhöhe bzw. Nullpunktssignal im Faraday-Detektor-Modus sind. Eine der positiven Eigenschaften von MCPs mit kleinen Kanaldurchmessern ($5 \mu\text{m}$) besteht darin, dass sie bei hohen Drücken bis 1 Pa eingesetzt werden können. Dies erlaubt den Einbau eines MCP in ein Hochdruck-RGA und dessen Betrieb über den ganzen für das RGA zulässigen Druckbereich [52]. Bei diesen hohen Drücken werden in dem aus Ionen und Elektronen gebildeten Plasma in der Ionenquelle auch Photonen gebildet, die durch das Quadrupol hindurch auf den Faraday-Detektor auftreffen können. Die hierdurch ausgelösten Photo-Elektronen würden das Messergebnis verfälschen. Deshalb lässt man wie in Abb. 23 gezeigt, die Photonen auf einen geerdeten Photonen-Beam-Stop auftreffen, die Ionen hingegen werden durch das am Eingang des MCP angelegte Anodenpotenzial auf den Faraday-Detektor umgelenkt. So resultiert eine präzise Bestimmung des Ionenstroms ohne dass eine (schwierig durchzuführende) Korrektur des Photo-Elektronen-Stroms durchgeführt werden müsste.

2.7 Steuersoftware für Massenspektrometer

Eine wesentliche Komponente eines modernen Massenspektrometers ist der Kommunikations-Befehlssatz und die darauf aufbauende Software zur Steuerung und zum Betrieb des Gerätes. Die Software stellt die Bedienkonsole dar, über die das Gerät gesteuert wird und über die die Ergebnisse verschiedener Betriebs-Moden wie

der Scan über einen vordefinierten Massenbereich, die Überwachung ausgewählter Massenzahlen über einen gewissen Zeitraum, die Lecksuche und die Aufnahme prozessspezifischer Daten in Verbindung mit Massenspektrometerdaten angezeigt werden.

2.7.1 Analoger Scan, Ionenstrom in Abhängigkeit von der Masse

Die grundlegende Mess- und Anzeigeart von Massenspektrometer-Daten ist das analoge Massenspektrum (Abb. 8 oder 15). Zur Parametrisierung eines solchen analogen Scans muss über die Software der zu überstreichende Massenbereich, die Anzahl von Messpunkten pro Masseneinheit sowie die Integrationszeit für die Messung des Ionenstromes definiert werden können. Diese Parameter definieren der RGA-Elektronik die Anfangsmasse, die Messgeschwindigkeit, die Integrationszeit für die Strommessung und die Endmasse. Diese Informationen sind notwendig, damit die Datenaufnahme, Datenübertragung und Datendarstellung während eines laufenden Scans problemlos funktioniert. Zur Kontrolle der Peak-Form müssen pro Masse mindestens 5 Messpunkte zur Verfügung stehen. Einige RGAs bieten sogar 10, 25 oder 100 Messpunkte pro Masse an, so dass umfangreiche Aussagen über Ionen-Transmission, eventuelle Kontamination oder Aussagen über die Beteiligung zur Nachbarmasse gemacht werden können. Allerdings muss für die Aufnahme der höheren Anzahl von Punkten pro Masse auch mehr Messzeit in Anspruch genommen werden. Bei magnetischen Massenspektrometern ist die Peakbreite proportional zur Masse, so dass bei niedriger Masse sehr schmale Peaks resultieren. Die Schrittweite für den analogen Scan wird deshalb bevorzugt nach Gl. 17 angepasst.

Die Verlangsamung der Messung durch die Aufnahme mehrerer Messpunkte pro Masse ist oftmals so groß, dass schnelle Vakuumprozesse nicht mehr verfolgt werden können. Die Reduktion auf nur noch einen Punkt pro Massenzahl ist hier die bestmögliche Lösung. Oftmals wird dieser Messmodus auch als „Scan Bargraph“ bezeichnet. Hierbei besteht aber dann die Forderung, dass dieser eine Messpunkt das Maximum des Ionenstromes repräsentiert, was eine stabile Massenskala und Möglichkeiten zur Kalibrierung der Massenskala bedingt, um die Peakmaxima exakt zu definieren. Wird diese Kalibrierung mit einem geeigneten Gas durchgeführt, kann der Benutzer über den gesamten Massenbereich messen und auf die auf jeder nominellen Masse gemessene Intensität vertrauen. Dieser Modus ist besonders dann hilfreich, wenn nach unbekannten Gasen gesucht wird, und kann innerhalb von Sekunden durchgeführt werden. Bei wiederholten Scans kann dann jede beliebige Masse selektiert und ihr Verlauf in Abhängigkeit von der Zeit dargestellt werden.

2.7.2 Messung ausgewählter Massenzahlen

Nachdem die den Prozess charakterisierenden Massenzahlen bestimmt sind, kann das Messrezept auf diese Massenzahlen eingeschränkt werden, was eine sehr viel höhere Messgeschwindigkeit ermöglicht. Damit können recht komplexe Prozesse in ihrem zeitlichen Ablauf beobachtet werden (Abb. 24).

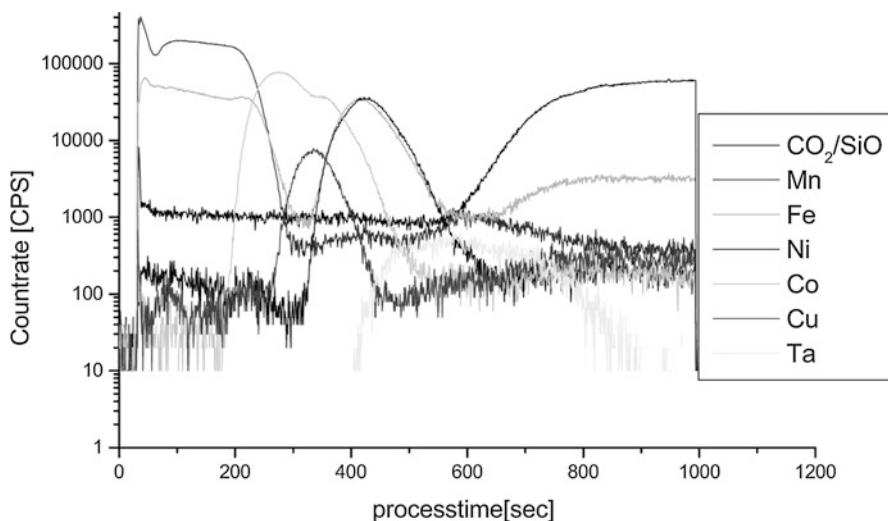


Abb. 24 Intensitäten (countrate) verschiedener Komponenten bei einem Ionen-Ätzprozess eines Wafers mit komplexem Schichtaufbau. Die Analyse wurde mit einem Quadrupol-Massenspektrometer mit vorgeschalteter Ionenoptik durchgeführt. Derartige Analysen spielen eine entscheidende Rolle bei der Bestimmung von Prozess-Endpunkten. Mit freundlicher Genehmigung der INFICON AG

2.7.3 Lecksuch-Modus

Für die Lecksuche mittels RGA wird hauptsächlich Helium als Testgas eingesetzt. Die Flexibilität und der große Massenbereich eines RGAs erlauben aber auch den Einsatz anderer Testgase wie z. B. H_2 oder SF_6 . Fast alle handelsüblichen Programme haben Funktionen, die die Größe des Lecks in einem Graph in Abhängigkeit von der Zeit darstellen und parallel dazu einen Ton erzeugen, dessen Tonhöhe mit der Leckrate variiert.

2.8 Weitere Einsatzmöglichkeiten von Massenspektrometern

Neben der klassischen Restgas- und Prozessgasanalyse können Massenspektrometer weitere wichtige Informationen über Vakuumprozesse liefern. In MBE-(Molecular Beam Epitaxie) Anlagen können mittels geeigneter Blenden und Einsatz einer Crossbeam-Ionenquelle direkt die Molekularstrahlen aus den verschiedenen Verdampfungsquellen analysiert werden. Diese Resultate werden zur Steuerung der Quellen benutzt, um stöchiometrische Schichtzusammensetzungen zu erreichen [25]. Die sehr hohe Empfindlichkeit des Massenspektrometers ermöglicht selbst die Regelung von Prozessen mit extrem niedrigen Aufdampfraten von $<0,01 \text{ nm/s}$ [53, 54]. In Kombination mit einem elektrostatischen Energiefilter können Quadrupol-Massenspektrometer auch zur Plasma-Diagnose (Abb. 25)

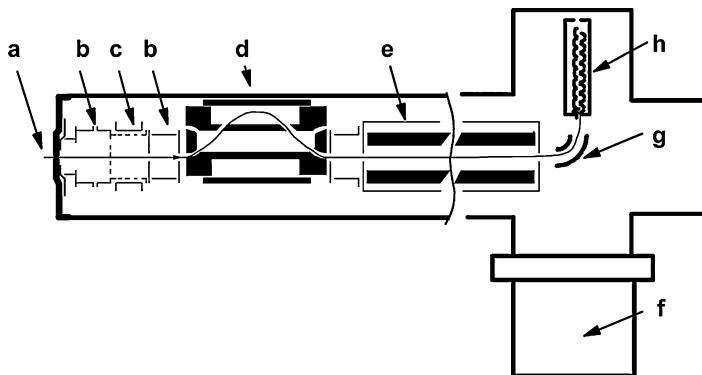


Abb. 25 Differentiell gepumptes Quadrupol-Massenspektrometer für kombinierten Ionen- und Neutralteilchen-Nachweis bei Plasma-Prozessen: **a** Elektrisch isolierte Extraktionsblende mit frei definierbarem Potenzial, **b** Ionenlinsen, **c** Elektronenstoß-Ionenquelle mit einstellbarer Elektronenenergie für Prozessgas-Analyse und Radikalen-Nachweis, **d** elektrostatischer Energiefilter CMA (Cylindrical Mirror Analyzer), **e** Quadrupol-Analysator mit Massenbereich bis 2048 amu, **f** Turbo-molekularpumpe, **g** Ionen-Umlenkeinheit zur Reduktion von Untergrundeffekten durch Photonen, **h** hochlegbarer SEV für den Nachweis von positiven und negativen Ionen. Mit freundlicher Genehmigung der INFICON AG

[55, 56] und zur Prozesskontrolle bei Ätzprozessen (Endpunkt-Bestimmung) eingesetzt werden (Abb. 24).

3 Partialdruckmessung mit optischen Methoden

Seit den 90er-Jahren des letzten Jahrhunderts finden optische Methoden der Partialdruckmessung vermehrt Interesse, weil die rasante Entwicklung der optischen Speicher- und Kommunikationstechnologie Laserquellen, Spiegel und Detektoren etc. bereitstellt, die in Zukunft preislich erschwingliche optische Partialdruckmessgeräte ermöglichen könnten. Auch einzelne Lecksucher (► Kap. 27, „Leckdetektoren“) nutzen bereits Absorptionsmethoden.

Verbreitete Moleküle in Hochvakuumssystemen sind H_2O , CO , CO_2 , CH_4 und höhere Kohlenwasserstoffe. Alle diese zweiatomigen Moleküle besitzen Rotations-Vibrationsübergänge im nahen (Wellenlänge $\lambda > 0,7 \mu\text{m}$) und mittleren ($> 2 \mu\text{m}$) Infrarot (IR) und sind deswegen IR-Absorptionsmessungen zugänglich. Die Absorption eines isolierten IR-Strahls in einem Gas wird durch das Lambert-Beer'sche Gesetz

$$I(\lambda^{-1}, L) = I_0 \lambda^{-1} \exp(-S\Phi(\lambda^{-1} - \lambda_0^{-1})nL) \quad (21)$$

beschrieben. Hierin ist λ^{-1} die Wellenzahl, $I(\lambda^{-1}, L)$ die durch das Gas transmittierte Intensität nach der absorbierenden Wegstrecke L , $I_0 (\lambda^{-1})$ die eingestrahlte Intensität, n ist die Anzahldichte der absorbierenden Molekülart, S ist die wellenzahlunabhängige

Linienstärke pro Einheit der Moleküldichte und Φ ist die sogenannte Linienformfunktion, die auf

$$\int_{-\infty}^{\infty} \Phi(\lambda^{-1} - \lambda_0^{-1}) d\lambda^{-1} = 1 \quad (22)$$

normiert ist. Das Produkt $S \Phi n$ wird gewöhnlich als linearer Absorptionskoeffizient bezeichnet.

Misst man somit die transmittierte Intensität in Abhängigkeit von der Wellenlänge (Wellenzahl) und kennt die Linienstärke S , so kann der Partialdruck des absorbierenden Gases mittels der Gleichung

$$p = \frac{kT}{S(T)\Phi(\lambda^{-1} - \lambda_0^{-1})L} \ln \left(\frac{I_0(\lambda^{-1})}{I(\lambda^{-1})} \right) \quad (23)$$

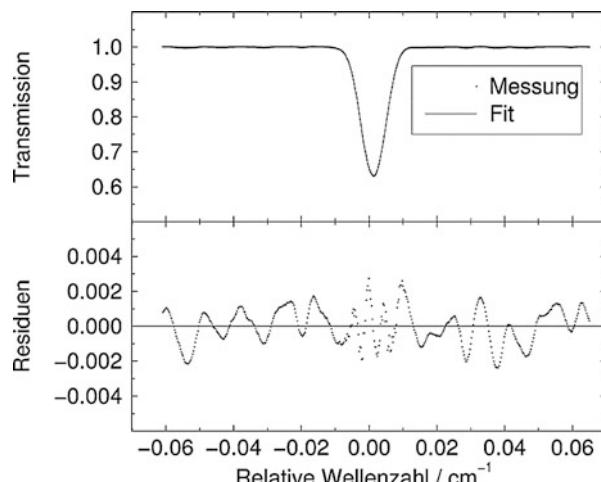
ermittelt werden.

Der Vorteil dieser optischen Bestimmungsmethode ist, dass der absolute Partialdruck aus der Messung direkt erhalten wird und keine vorherige Kalibrierung, wie beispielsweise beim Quadrupol-Massenspektrometer, notwendig ist.

Mit konventioneller Lock-in-Technik und einer Vielfachreflexionszelle wurde gezeigt [57, 58] (Abb. 26), dass Partialdrücke von 10^{-5} Pa für CO (λ um $4,6 \mu\text{m}$) gemessen werden können, wobei bei 10^{-2} Pa die Messunsicherheiten nur 3 % betragen. Der Totaldruck kann dabei bis zu 1 kPa betragen, ein Bereich, in dem der Betrieb eines Quadrupol-Massenspektrometers (Abschn. 2) nicht mehr möglich ist. Für CO₂ bei 30 Pa wurde eine Messunsicherheit von 0,5 % erreicht [59].

McAndrew und Inman haben die IR-Absorptionsmethode benutzt, um Feuchtigkeitsmessungen im ppb-Bereich von Reinstgasen oder reaktiven Gasen für die

Abb. 26 Normiertes Absorptionssignal der R(10)-Linie ($\lambda^{-1} = 2183,22 \text{ cm}^{-1}$) von CO im fundamentalen Schwingungs-Rotationsband bei $p = 1,07 \cdot 10^{-2}$ Pa, $L = 27,236$ m. Im unteren Teil sind die Residuen gegenüber der theoretischen, angepassten Kurve gezeigt [60]



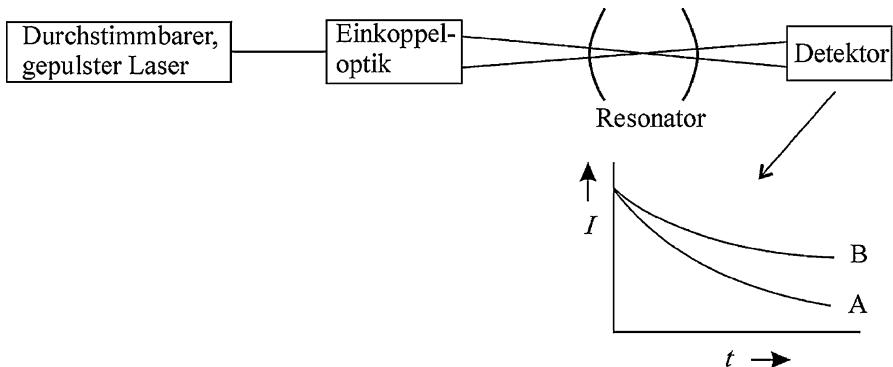


Abb. 27 Die Resonatorabklingmethode zur quantitativen Absorptions- und Partialdruckmessung. Das zeitliche Abklingverhalten des in einen Resonator eingeschossenen Laserpulses wird gemessen. Je schneller dieser abfällt (Fall A), desto höher ist die Absorption (Absorption bei A größer als bei B)

Halbleiterindustrie durchzuführen [60, 61], oder um die Reinigungsmethoden von Ätzkammern zu testen [62].

Genaue Feuchtigkeitsmessungen oder andere Partialdruckmessungen können auch mit der sogenannten Resonator-Abklingspektroskopie (cavity-ring-down-spectroscopy, CRDS) durchgeführt werden [63–65] (Abb. 27). Aus dem zeitlichen Verhalten des Abklingsignals des Laserlichts aus einem Resonator nach einem eingeschossenen Puls lässt sich bei verschiedenen Wellenlängen das Absorptionspektrum und damit n bzw. p genau bestimmen.

Auch resonanzverstärkte Photo-Ionisation von Gasteilchen, kombiniert mit einem TOF-(time-of-flight) Massenspektrometer wurden zur Bestimmung von Partialdrücken eingesetzt, dies herab bis zu 10^{-10} Pa [63].

Die beschriebenen Methoden haben allerdings den Nachteil, dass nur eine Gasart analysiert werden kann und diese Gasart vorher bekannt sein muss. Mit Fourier-transformations-Spektrometern ist es jedoch gelungen, mehrere Gase gleichzeitig in einem CVD-Prozess zu detektieren [67]. Zurzeit werden auch schmalbandige Quellen entwickelt (OPOs, Optisch-Parametrischer Oszillator, Frequenzkämme), mit denen das ganze Spektrum im IR überdeckt werden kann, so dass auch die Perspektive besteht, künftig einmal statt einem Massenscan einen Wellenlängenscan zur Charakterisierung eines Gasgemisches im Vakuum durchführen zu können.

Literatur

1. DIN 28410: Vakuumtechnik; Massenspektrometrische Partialdruck-Meßgeräte, Begriffe, Kenngrößen, Betriebsbedingungen (1968)
2. Basford, J.A., Boeckmann, M.D., Ellefson, R.E., Filippelli, A.R., Holkeboer, D.H., Lieszkovszky, L., Stupak, C.M.: Recommended practice for the calibration of mass spectrometers for partial pressure analysis. *J. Vac. Sci. Technol. A* **11**, A22 (1993)

3. NIST, EPA, NIH Mass Spectral Data Base, Version 1, (Software File) or internet search. <http://webbook.nist.gov/chemistry/form-ser.html>. (1995). Zugegriffen am 17.08.2017
4. Summers R.L.: NASA Technical Note, NASA TN D5285 (1969)
5. Dempster, A.J.: A new method of positive ray analysis. *Phys. Rev.* **11**, 316 (1918)
6. Bleakney, W.: A new method of positive ray analysis and its application to the measurement of ionization potentials. *Phys. Rev.* **34**, 157 (1929)
7. Nier, A.O.C.: A mass spectrometer for routine isotope-abundance measurements. *Rev. Sci. Instrum.* **11**, 212 (1940)
8. Nier, A.O.C.: A mass spectrometer for routine isotope and gas analyses. *Rev. Sci. Instrum.* **18**, 398 (1947)
9. Inghram, M.G., Hayden, R.J.: A Handbook on Mass Spectrometry, Nuclear Science Series, Report No. 14. National Academy of Science, Washington (1954)
10. Duckworth, H.E., Barber, R.C., Venkatasubramanian, V.S.: Mass Spectrometry, Bd. 4. Cambridge University Press, Cambridge (1990)
11. Austin, W.E., Holme, A.E., Leck, J.H.: Quadrupole Mass Spectrometry and Its Applications (Hrsg. J.H. Dawson), S. 121–152. American Institute of Physics, Woodbury (1995)
12. Brubaker, W.M.: NASA Report, NASW 1298 (1970)
13. Hofmann, G.A.: Quadrupole mass spectrometers of various performance groups. *Vacuum* **24**, 65 (1974)
14. Blessing, J.: Research & Development September (1987)
15. INFICON: Closed Ion Source, Bulletin BR31D38K (1992)
16. Koprio, J., Muralt, P., Rettinghaus, R., Strasser, G.: *Vacuum* **41**, 2106–2108 (1990)
17. Kohl, W.H.: Handbook of Materials and Techniques for Vacuum Devices, S. 487–502. American Institute of Physics, Woodbury (1995)
18. Kohl, W.H.: Handbook of Materials and Techniques for Vacuum Devices, S. 262–264, 240. American Institute of Physics, Woodbury (1995)
19. Cole, C.R., et al.: Contribution and origin of H_3O^+ in the mass spectral peak at 19 amu. *J. Vac. Sci. Technol. A* **22**, 2056–2060 (2004)
20. INFICON: Ion-Molecule Reactions. Technical Note (2002)
21. Redhead, P.A., Hobson, J.P., Kornelsen, E.V.: The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum, S. 174–175. American Institute of Physics, Woodbury (1993)
22. Watanabe, F.: Very-low outgassing rate, separable, aluminium-flanged, hot-cathode ion source for a residual gas analyzer. *J. Vac. Sci. Technol. A* **8**, 3890 (1990)
23. Watanabe, F., Kasai, A.: Low outgassing residual gas analyzer with a beryllium-copper-alloy-flanged ion source. *J. Vac. Sci. Technol. A* **13**, 497 (1995)
24. Huber, W.K., Müller, N., Rettinghaus, G.: Total and partial pressure measurement in the low 10^{-12} mbar range. *Vacuum* **41**, 2103–2105 (1990)
25. Müller, N.: Use of quadrupole mass spectrometers in ultrahigh vacuum systems. *Vacuum* **44**, 623–626 (1993)
26. Ellefson, R.E., Moddeman, W.E., Dylla, H.F.: Hydrogen isotope analysis by quadrupole mass spectrometry. *J. Vac. Sci. Technol.* **18**, 1062 (1981)
27. Bleakney, W., Hipple, J.A.: A new mass spectrometer with improved focusing properties. *Phys. Rev.* **53**, 521 (1938)
28. Robinson, C.E., Hall, L.G.: Small general purpose cycloidal-focusing mass spectrometer. *Rev. Sci. Instrum.* **27**, 504 (1956)
29. Sommer, H., Thomas, H.A., Hipple, J.A.: The measurement of e/M by cyclotron resonance. *Phys. Rev.* **82**, 697 (1951)
30. Alpert, D., Buritz, R.S.: Ultra-high vacuum. II. Limiting factors on the attainment of very low pressures. *J. Appl. Phys.* **25**, 202 (1954)
31. Brydon, W.A., Benson, R.C., Ecelberger, S.A., Phillips, T.E., Cotter, R.J., Fenselau, C.: The tiny-TOF mass spectrometer for chemical and biological sensing. *J. Hopkins APL Tech. Dig.* **16**, 296 (1995)
32. Gibson, J.R., Taylor, S.: Rapid Commun. Mass Spectrom. **14**, 1669–1673 (2000)

33. Holkeboer, D.H., Karandy, T.L., Currier, F.C., Frees, L.C., Ellefson, R.E.: Miniature quadrupole residual gas analyzer for process monitoring at mTorr pressures. *J. Vac. Sci. Technol. A* **16**, 1157 (1998)
34. Dawson, P.H.: Quadrupole mass spectrometry and its applications, S. 13–36. American Institute of Physics, AVS Classics Series, Woodbury (1995)
35. Austin, W.E., Leck, J.H., Batey, J.H.: Study of the performance of a group of quadrupole mass spectrometers. *J. Vac. Sci. Technol. A* **10**, 3563 (1992)
36. Lieszkovszky, L., Filippelli, A.R., Tilford, C.R.: Metrological characteristics of a group of quadrupole mass spectrometers. *J. Vac. Sci. Technol. A* **8**, 3838 (1990)
37. Cowen, M.C., Allison, W., Batey, J.H.: Electron space charge effects in ion sources for residual gas analysis. *Meas. Sci. Technol.* **4**, 72 (1993)
38. Cowen, M.C., Allison, W., Batey, J.H.: Non-linearities in sensitivity of quadrupole partial pressure analyzers operating at higher pressures. *J. Vac. Sci. Technol. A* **12**, 228 (1994)
39. Badman, E.R., Cooks, R.G.: Miniature mass analyzers. *J. Mass Spectrom.* **35**, 659–671 (2000)
40. Holkeboer, D.H.: Method of Manufacturing a Miniature Quadrupole Using Electrode-Discharge Machining. US Patent 5,852,270, 22.12.1998 (1998)
41. Ferran, R.J., Boumsellek, S.: High-pressure effects in miniature arrays of quadrupole analyzers for residual gas analysis from 10^{-9} to 10^{-2} Torr. *J. Vac. Sci. Technol. A* **14**, 1258 (1996)
42. Syms, R.R.A., Tate, T.J., Ahmad, M.M., Taylor, S.: Design of a microengineered electrostatic quadrupole lens. *IEEE Trans. Electron Devices* **45**, 2304 (1998)
43. Taylor, S., Tindall, R.F., Syms, R.R.A.: Silicon based quadrupole mass spectrometry using micromechanical systems. *J. Vac. Sci. Technol. B* **19**, 557 (2001)
44. Freidhoff, C.B., Young, R.M., Sriram, S., Braggins, T.T., O'Keefe, T.W., Adam, J.D., Nathanson, H.C., Syms, R.R.A., Tate, T.J., Ahmad, M.M., Taylor, S., Tunstall, J.: Chemical sensing using nonoptical microelectronmechanical systems. *J. Vac. Sci. Technol. A* **17**, 2300 (1999)
45. Diaz, J.A., Giese, C.F., Gentry, W.R.: Sub-miniature ExB sector field mass spectrometer. *J. Am. Soc. Mass Spectrom.* **12**, 619–632 (2001)
46. Ermakov, A.V., Hinch, B.J.: An electrostatic autoresonant ion trap mass spectrometer. *Rev. Sci. Instrum.* **81**, 0103107 (2010)
47. Brucker, G.A., Van Antwerp, K.D., Rathbone, G.J., Heinbuch, S.C., Schott, M.N., Hinch, B.J., Ermakov, A.V.: Electrostatic ion trap. US Patent 8,586,918, 19.11.2013 (2013)
48. Brucker, G.A., Rathbone, G.J.: Autoresonant trap mass spectrometry. *Int. J. Mass Spectrom.* **295**, 133 (2010)
49. Hamamatsu, Inc., Model R5150 series Compact Ion Detector Brochure. <http://www.hamamat-su.com/jp/en/R5150-10.html>. Zugegriffen am 17.08.2017
50. Burle Technologies, Inc. Channeltron® Electron Multiplier Handbook for Mass Spectrometer Applications (2001)
51. Parfitt, W.E., Karandy, T.L., Frees, L.C., Ellefson, R.E.: Ion collector assembly. US Patent 6,091,068, 18.07.2000 (2000)
52. Laprade, B., Cochran, R.: Operation of Microchannel Plate Based Detectors at Elevated Pressure. American Society for Mass Spectrometry Conference (1997)
53. Peter, G., Koller, A., Vazquez, S.: A new electron beam evaporation source for Si molecular beam epitaxy controlled by a quadrupole mass spectrometer. *J. Vac. Sci. Technol. A* **9**, 3061 (1991)
54. Kropio, J.A., Peter, G., Fischer, H.: Quadrupole mass spectrometer monitored and controlled thin film deposition processes under ultrahigh vacuum conditions. *Vacuum* **38**, 783–786 (1988)
55. Wieers, E.: Thesis: Limburgs Universitair Centrum. Dipenbeek, Belgium (2002)
56. Kersten, H., Deutscher, H., Steffen, H., Kroessen, G.M.W., Hippler, R.: The energy balance of substrate surfaces during plasma processing. *Vacuum* **63**, 385–431 (2001)
57. Lanzinger, E., Jousten, K., Kühne, M.: Partial pressure measurement by means of infrared laser absorption spectroscopy. *Vacuum* **51**, 47–51 (1998)

58. Jousten, K., Lanzinger, E., Kühne, M.: Genaue Linienstärkebestimmung von CO-Übergängen im mittleren Infrarot zur Teilchendichtemessung, VDI Bericht Nr. 1667, Optische Analysenmesstechnik 99–104 (2002)
59. Jousten, K., Padilla, G., Bock, Th.: Investigation on tunable diode laser absorption spectroscopy for its application as primary standard for partial pressure measurements, 4 p. J. Phys. Conf. Ser. **100**, 092005, IOP Publishing. Proceedings IVC-17/ICSS-13 and ICN+T2007. (2008). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/100/9/092005>
60. McAndrew, J.F., Inman, R.S., Jurcik, B.: Gaseous contaminant measurement for semiconductor processing by diode laser spectroscopy. *J. Inst. Environ. Sci.* **38**, 22–29 (1995)
61. Inman, R.S., McAndrew, J.F.: Application of tunable diode laser absorption spectroscopy to trace moisture measurements in gases. *Anal. Chem.* **66**, 2471–2479 (1994)
62. McAndrew, J.F., Inman, R.S.: Using diode laser spectroscopy to evaluate techniques for acceleration of etch chamber evacuation. *J. Vac. Sci. Technol. A* **14**, 1266–1272 (1996)
63. Zalicki, P., Zare, R.N.: Cavity ring-down spectroscopy for quantitative absorption measurements. *J. Chem. Phys.* **102**, 2706–2717 (1995)
64. Hodges, J.T., Looney, J.P., van Zee, R.D.: Laser bandwidth effects in quantitative cavity ring-down spectroscopy. *Appl. Optics* **35**, 4112–4116 (1996)
65. Hodges, J.T., Looney, J.P., van Zee, R.D.: Response of a ring-down cavity to an arbitrary excitation. *J. Chem. Phys.* **105**, 10.278–10.288 (1996)
66. Looney, J.P., et al.: Measurement of CO pressures in the UHV regime using resonance-enhanced multiphoton-ionization time-of-flight mass spectroscopy. *J. Vac. Sci. Technol. A* **11**, 3111–3120 (1993)
67. Neill, J.A., Passow, M.L., Cotler, T.J.: Infrared absorption spectroscopy for monitoring condensable gases in chemical vapor deposition applications. *J. Vac. Sci. Technol. A* **12**, 839–845 (1994)



Leckdetektoren

27

Werner Große-Bley

Zusammenfassung

In diesem Kapitel wird gezeigt, welche Arten von Leckdetektoren es gibt und wo sie eingesetzt werden. Lecksuchtechniken werden im Kap. 38, „Lecksuchtechniken“ beschrieben.

1 Grundprinzipien und geschichtliche Entwicklung

Ein Leckdetektor ist ein Messgerät, das Leckagen in Gasströmungseinheiten anzeigt. Ein reiner Gassensor misst dagegen nur den Partialdruck eines Gases und kann keine Aussage über die Gasströmung (die Leckage) treffen.

Wie in ► Abschn. 1 in Kap. 38, „Lecksuchtechniken“ gezeigt wird, ist bei konstantem Druck das Saugvermögen $S = dV/dt$ und bei konstantem Volumen der Druckanstieg dp/dt ein Maß für die Leckagerate Q . Es gibt daher zwei Typen von Leckdetektoren: eine Prüfkammer mit bekanntem Volumen V , in welcher der Druckanstieg gemessen wird und eine Pumpe mit bekanntem Saugvermögen, über welcher der Druck gemessen wird. Bei der Druckanstiegsmethode (siehe Abschn. 2) wird überwiegend Luft als Prüfmedium benutzt, bei der Prüfgasmethode (siehe ► Abschn. 1.5 in Kap. 38, „Lecksuchtechniken“) ist Helium das gängigste Prüfgas.

Der Nachweis eines speziellen Prüfgases hat den großen Vorteil, dass auch Lecks nachgewiesen werden können, die so klein sind, dass sie den Totaldruck eines Vakuumsystems nicht mehr messbar verändern. Die Auswirkung des Lecks ist dann nicht ein kurzfristiger Druckverlust oder Druckanstieg, sondern eine langfristige

W. Große-Bley (✉)
ILP, Inficon GmbH, Köln, Deutschland
E-Mail: werner.Grosse_Bley@inficon.com

Schädigung des Systems oder des Prozesses. In der Vakuumtechnik sind kleinste Lecks von besonderer Bedeutung, da bei niedrigen Drücken auch schon sehr geringe eindringende Leckgasströme gravierende Folgen für den im Vakuum ablaufenden Prozess (z. B. in der Halbleiterindustrie) haben können.

2 Leckdetektoren für Druckanstiegsmethode

2.1 Allgemeines

Die Luftdruckanstiegsmethode im Vakuum wird normalerweise für sehr große Vakuumkammern verwendet (z. B. Chemiereaktoren, Kernkraftwerksbehälter, . . .), die nicht mit Prüfgas gefüllt oder besprührt werden können.

Leckdetektoren, die mit der Druckanstiegsmethode im Vakuum arbeiten, sind sehr spezielle Geräte. Weil Temperatur- und Volumenänderungen einen starken Einfluss auf die Messung haben, muss die Prüfkammer entweder für einen bestimmten Prüfling optimiert werden oder flexibel an wechselnde Prüflingsgeometrien anpassbar sein. Das Totvolumen muss so klein wie möglich sein, darf aber andererseits nicht von Messung zu Messung schwanken, z. B. durch geometrische Toleranzen der Prüflinge. Der Druck zu Beginn der Messung sollte möglichst gering sein, um im Vergleich zu Temperatureffekten einen starken Druckanstieg, d. h. eine hohe Empfindlichkeit zu erreichen.

2.2 Druckanstiegsleckdetektor mit Folienkammer

Um die genannten Schwierigkeiten mit Totvolumen- und Temperaturschwankungen zu vermeiden, kann man die Prüfkammer flexibel gestalten, so dass sie sich jeweils optimal eng um den Prüfling anlegt. Man erreicht dadurch ein minimales Totvolumen und durch genügend niedrigen Totaldruck auch eine minimale temperaturbedingte Druckänderung im Vergleich zum Druckanstieg durch eine Leckage.

Nach diesem Prinzip [1] arbeitet ein Gerät, das in jüngster Zeit für die Prüfung von Lebensmittelverpackungen entwickelt wurde. Hier ist ein zusätzlicher Vorteil der flexiblen Prüfkammer, die aus gummielastischen Folien gebildet wird, dass die empfindliche Verpackungstüte so abgestützt wird, dass sie beim Evakuieren nicht platzt.

Mit wenigen Sekunden Zykluszeit kann ein solches Gerät (siehe Abb. 1) Verpackungen beliebiger Form auf Leckagen bis herab zu 10^{-2} Pa · L/s auf Dichtheit prüfen. Zur Evakuierung sind nur relativ kleine und leichte Pumpen erforderlich, da das zu pumpende Kamervolumen durch die Folie minimiert wird. Der Druckanstieg in der Folienkammer wird durch ein empfindliches Kapazitätsvakuummeter gemessen. Durch Parallelbetrieb mehrerer solcher Prüfkammern in einer Fertigungsline sind Prüffrequenzen von bis zu 100 Teilen pro Minute erreichbar.



Abb. 1 Druckanstiegsleckdetektor mit Folienkammer zur Prüfung der Dichtheit von Lebensmittelverpackungen (INFICON GmbH, Köln)

3 Heliumleckdetektoren

3.1 Allgemeines

Bereits in den 1940er-Jahren des 20. Jahrhunderts wurde Helium und dessen Nachweis mit dem Massenspektrometer als Prüfgas für die Lecksuche vorgeschlagen. Die ersten Nachweissysteme waren noch keine Leckdetektoren im heutigen Sinne, sondern nur relativ kleine Massenspektrometer für die Partialdruckmessung. Sie wurden über eine Drossel an das zu prüfende Vakuumsystem angeschlossen, um den eingelassenen Gasstrom so zu begrenzen, dass das Massenspektrometer unter 10^{-2} Pa betrieben werden konnte. Einer der ersten massenspektrometrischen Heliumleckdetektoren wurde von Nier gebaut. Er zeichnete sich durch ein kleines Sektorfeldspektrometer aus, das zum erstenmal nicht aus Glas, sondern aus Metall hergestellt und damit relativ robust war [2]. Zur Geschichte der Heliumleckdetektoren sei auf den Artikel von Nerken verwiesen [3].

3.2 Anforderungen und Grundfunktion bei der Vakuumlecksuche

Grundsätzlich muss ein Leckdetektor in der Lage sein, einen Prüfgasstrom quantitativ zu messen. Ein Heliumleckdetektor benutzt dazu ein Massenspektrometer, das einen Druck von weniger als 10^{-2} Pa zum ordnungsgemäßen Betrieb benötigt. Ein Leckdetektor enthält deshalb einen Hochvakumpumpsatz, der diesen Druck erzeugen und aufrechterhalten kann (meist kann man mit diesem Pumpsatz auch bereits kleinere Prüflingsvolumina auf den notwendigen Einlassdruck des Leckdetektors bringen).

Als Prüflinge kommen nur Komponenten in Frage, die auf einen gewissen Vakuumdruck (Einlassdruck des Leckdetektors) evakuierbar sind. Zur Prüfung anderer Teile wird der Lecksucher mit einer Vakuumkammer verbunden, in die mit Prüfgas gefüllte Teile gelegt werden. In beiden Fällen wird vom Leckdetektor der in das Vakuum eindringende Heliumgasstrom gemessen und als Leckrate angezeigt.

Zum besseren Verständnis des Messprinzips eines solchen Leckdetektors kann eine elektrische Analogie dienen (Abb. 2). Man stelle sich dazu vor, dass ein elektrischer Strom mit einem Voltmeter gemessen werden müsste. Das Voltmeter entspricht dem Partialdruckmessgerät (Massenspektrometer) im Leckdetektor, der elektrische Strom dem Prüfgasstrom. Um eine solche Messung durchzuführen, benötigt man einen präzisen Messwiderstand (elektrischer Leitwert), an dem eine dem elektrischen Strom proportionale Spannung abfällt, die mit dem Voltmeter gemessen werden kann (Ohm'sches Gesetz). Analog zu diesem Messwiderstand verwendet der Leckdetektor einen Leitwert (Blende), über den ein dem Heliumstrom proportionaler Partialdruck entsteht, der vom Massenspektrometer gemessen wird. In Analogie zur elektrischen Masse tritt im Vakuum die Pumpe, in die alle Gasströme letztlich fließen.

3.3 Heliumsektorfeldmassenspektrometer

Als Partialdrucksensor in einem Heliumleckdetektor wird fast immer ein Massenspektrometer verwendet. Überwiegend wird dabei das magnetische Sektorfeldmassenspektrometer eingesetzt, nur von wenigen Herstellern das Quadrupol-Massenspektrometer. Die grundsätzlichen Arbeitsprinzipien der beiden Spektrometer sind bereits im ersten Teil dieses Kapitels beschrieben worden. Der Hauptgrund für den überwiegenden Einsatz von Sektorfeldspektrometern in Heliumleckdetektoren liegt in der relativ großen Unempfindlichkeit des Sektorfeldspektrometers gegen Verschmutzung und höheren Totaldruck, die hauptsächlich auf der relativ hohen Ionenenergie von einigen 100 eV im Vergleich zu nur ca. 10 eV beim Quadrupol-Massenspek-

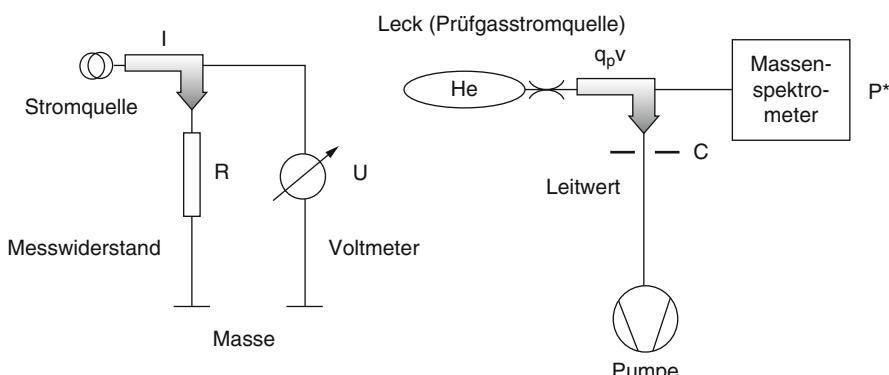


Abb. 2 Elektrische Analogie zum Messprinzip des Heliumleckdetektors

trometer beruht. Durch diese hohe Energie haben Störpotenziale der Wände, die durch isolierende Verschmutzungsschichten entstehen können, weniger Einfluss auf die Ionenbahnen und damit auf die Empfindlichkeit und Trennschärfe, was im Leckdektoreinsatz mit hohen Vakuumdrücken und hohen Anforderungen an die Signalstabilität besonders wichtig ist.

Ein Sektorfeldmassenspektrometer für einen Heliumleckdetektor hat aufgrund seiner speziellen Aufgabe einige Besonderheiten. Es soll bei robuster und einfacher Bauweise vor allem eine hohe Partialdruckempfindlichkeit für Helium aufweisen und dies auch bei hohen Totaldrücken, d. h., es soll auch möglichst kleine Konzentrationen oder Partialdruckverhältnisse genau messen können. Darüber hinaus ist eine gute Temperatur- und Langzeitstabilität wichtig für ein solches industrielles Messgerät.

Diese Anforderungen werden im Allgemeinen durch ein doppelt fokussierendes System mit Permanentmagnet realisiert (Abb. 3). Doppelfokussierung bedeutet, dass neben der Fokussierung von Ionen gleichen Impulses (d. h. gleicher Masse bei fester Geschwindigkeit) im magnetischen Sektorfeld noch Ionen gleicher Energie (d. h. gleicher Geschwindigkeit bei gleicher Masse) in einem elektrischen Sektorfeld (Zylinderkondensator) selektiert werden. Während die Energieselektion in üblichen Massenspektrometern *vor* dem Eintritt in das magnetische Feld vorgenommen wird, um die Auflösung zu steigern, wird sie beim Heliummassenspektrometer *nach* der magnetischen Trennung eingesetzt. Damit sollen „falsche“ Ionen bei hohem Totaldruck unterdrückt werden, die durch Streuprozesse an Gasmolekülen zum Ionenfänger gelangen, obwohl sie die Trennbedingungen nicht erfüllen.

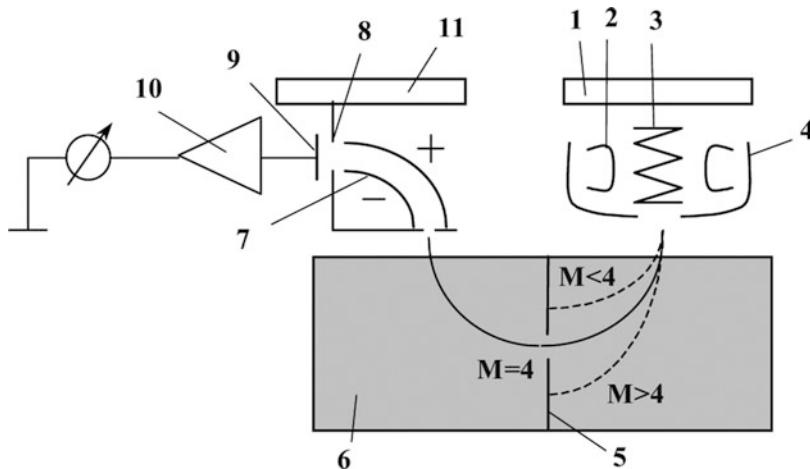


Abb. 3 Schematischer Aufbau eines doppelfokussierenden Massenspektrometers für Heliumleckdetektoren: 1 Flansch der Ionenquelle; 2 Kathoden (jeweils nur eine in Betrieb); 3 Anode (ggf. geheizt); 4 Abschirm- und Extraktorkappe; 5 Zwischenblende; 6 Magnetfeld (magnetisches Sektorfeld: Impulsdispersion); 7 Zylinderkondensator (elektrisches Sektorfeld: Energiedispersion); 8 Austrittsspalt; 9 Ionenfängerplatte; 10 Vorstärkersystem (Strom/Spannungswandler); 11 Flansch des Ionenfängersystems

Anstelle eines aufwändigen Zylinderkondensators wird heute vorwiegend ein sogenannter Suppressor eingesetzt, eine Blende, die auf dem Anodenpotenzial der Ionenquelle liegt und damit alle Ionen, die durch Streuprozesse Energie verloren haben, nicht zum Ionenfänger gelangen lässt. Neben dieser elektrischen Trennung enthalten die Spektrometer gegebenenfalls noch Zwischenblenden, die andere als Heliumionen ausblenden und damit die Trennschärfe erhöhen. All diese Maßnahmen im Aufbau eines Heliummassenspektrometers bewirken, dass es bei Drücken bis zu 10^{-2} Pa mit voller Empfindlichkeit betrieben werden kann (im Gegensatz zu analytischen Sektorfeldspektometern, die einen Totaldruck unter 10^{-4} Pa verlangen). Die Empfindlichkeit für Helium beträgt dabei typischerweise einige 10^{-6} A/Pa (10^{-4} A/mbar) und der kleinste messbare Partialdruck ca. 10^{-11} Pa, die kleinste messbare Konzentration ca. 0,1 ppm.

3.4 Einlassdruck von Heliumleckdetektoren

Da im Unterschied zur Messung elektrischer Ströme bei der Messung von Prüfgasströmen zusätzlich der Totaldruck als Störgröße auftritt, hat ein Leckdetektor einen maximal zulässigen Einlassdruck, unterhalb dessen erst seine Messbereitschaft beginnt. Im Messbetrieb haben die Pumpen eines Leckdetektors dann mehrere Aufgaben zu erfüllen: Neben der Funktion als Messgaspumpe (analog zur elektrischen Masse, s. o.) müssen sie dafür sorgen, dass das Massenspektrometer bei seinem Arbeitsdruck unter 10^{-2} Pa betrieben wird.

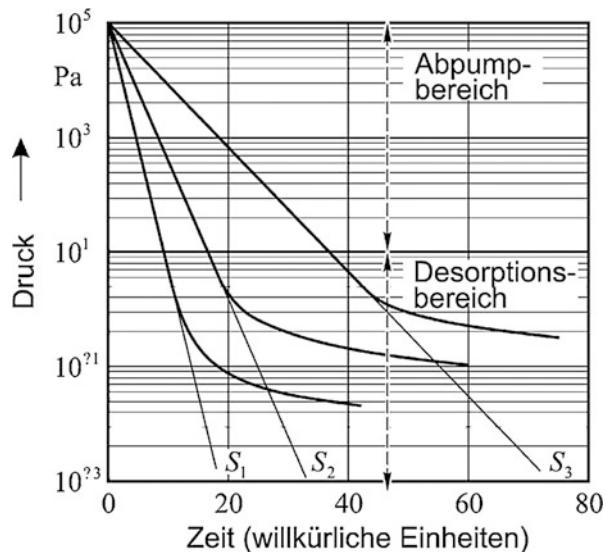
Zu Beginn der Vakuumlecksuche muss der Lecksucher und eventuell eine zusätzliche Hilfspumpe das Prüfobjekt auf den zulässigen Einlassdruck evakuieren. Die hierfür aufzuwendende Zeit soll so kurz wie möglich sein, im Idealfall gegen Null streben. Dies ist mit einem möglichst großen Saugvermögen der Pumpe zu erreichen, allerdings muss man beachten, dass unterhalb von ca. 10 Pa die Wasserdampfdesorption von den Wänden des Prüfobjektes merklich einsetzt, d. h. der Druck folgt nur noch einem $1/t$ -Gesetz und fällt nicht mehr, wie im höheren Druckbereich, exponentiell. Dies ist in Abb. 4 dargestellt. Das bedeutet, dass man niedrige Prüflingsdrücke vermeiden muss, wenn man schnelle Prüfzyklen fahren will. Wie diese Forderung mit unterschiedlichen Messprinzipien zu erreichen ist, wird in den folgenden Abschnitten über Haupt- und Gegenstromleckdetektoren beschrieben.

3.5 Zeitverhalten von Heliumleckdetektoren

Die Ansprechzeit eines Leckdetektors, d. h. die Zeit, die vergeht, bis die Leckratenanzeige auf einen bestimmten Bruchteil des Endausschlags steigt, hängt von der Zeitkonstante τ für das Prüflingsvolumen V_0 ab. Wenn $S_{0,\text{He}}$ das Saugvermögen für Helium am Saugstutzen des Leckdetektors bezeichnet, ist τ gegeben durch

$$\tau = \frac{V_0}{S_{0,\text{He}}} \quad (1)$$

Abb. 4 Druckverlauf beim Evakuieren einer zu prüfenden Komponente mit drei verschiedenen großen Pumpen mit Saugvermögen $S_1 > S_2 > S_3$



In dieser Zeit steigt das Leckratensignal auf 63 % seines Endwertes an. Um 95 % des Endwertes zu erreichen, muss man dreimal so lange warten (wobei das Prüfgas Helium während dieser Zeit anstehen muss, d. h., man muss solange sprühen oder integral prüfen). Ein häufiger Fehler besteht bei der lokalen Lecksuche darin, bei längerer Ansprechzeit zu kurz zu sprühen, wodurch dann nur ein Bruchteil der tatsächlichen Leckrate oder sogar nichts angezeigt wird. Andererseits kann zur Lokalisierung eines Lecks kurzes Sprühen sinnvoll sein, um nur ein Leck mit Helium zu beaufschlagen und nicht die ganze Umgebung zu verseuchen.

Die Ansprechzeit wird durch das Heliumsaugvermögen am Leckdetektoreinlass bestimmt. Dieses Saugvermögen ist deutlich zu unterscheiden von dem Saugvermögen der Hilfs- oder Vorvakuumpumpe, das beim Vorevakuieren über den Einlass am Prüfling wirksam ist. Das Heliumsaugvermögen am Einlass ist immer kleiner als das Nennsaugvermögen der Hochvakuumpumpe, da dazwischenliegende Ventile das Saugvermögen reduzieren. Es ist auch kleiner als das Nennsaugvermögen der Hilfspumpe für Luft, da das Saugvermögen einer Vorvakuumpumpe im molekularen Bereich (niedrige Drücke) kleiner ist als im viskosen Bereich.

3.6 Arbeitsprinzipien von Heliumleckdetektoren

Nachdem über lange Jahre Heliumleckdetektoren nur nach der in Abb. 2 beschriebenen elektrischen Analogie betrieben wurden (Hauptstromprinzip), entstand Ende der 1970er-Jahre die Idee des sogenannten Gegenstromprinzips. Diese Entwicklung machte den Gebrauch von flüssigem Stickstoff in der Kühlafalle von Leckdetektoren überflüssig und ebnete damit den Weg für die industrielle Anwendung des Heliumleckdetektors.

Moderne Heliumleckdetektoren nutzen das Hauptstromprinzip manchmal noch für den empfindlichsten Messbereich, wenn nach langer Evakuierungszeit der desorbierende Wasserdampf kaum noch stört.

3.6.1 Hauptstromleckdetektoren

Hauptstromleckdetektoren haben ihren Namen von der Tatsache, dass bei ihnen der gesamte aus dem Prüfling kommende Gasstrom Q über das Hochvakuumpumpensystem geführt wird und damit das Prüfgas Helium direkt in das Massenspektrometer gelangen kann. Entsprechend der elektrischen Analogie wird dabei aus dem Heliumstrom q_{He} ein Heliumpartialdruck erzeugt, der vom Massenspektrometer gemessen wird. Dabei gilt für die angezeigte Leckrate q_i bei gegebenem Saugvermögen im Hochvakuum $S_{\text{He}}^{\text{HV}}$:

$$q_i \propto p_{\text{He}}^{\text{MS}} = \frac{q_{\text{He}}}{S_{\text{He}}^{\text{HV}}} \quad (2)$$

wobei die „Empfindlichkeit“ durch das Saugvermögen der Hochvakuumpumpe gegeben ist. Im Unterschied zum elektrischen Fall wird neben Helium eine große Menge an anderen Gasen, insbesondere Wasserdampf, aus dem Prüfling abgegeben. Diese verhindern, dass nach dem Start des Pumpvorganges schnell ein Druck unter 10^{-2} Pa erreicht und damit die Messbereitschaft des Massenspektrometers hergestellt wird. Um diese Zeit zu verkürzen, benötigt man in Hauptstromleckdetektoren in der Regel eine Kühlfallen mit flüssigem Stickstoff, in der der Wasserdampf kondensiert und damit in kurzer Zeit ein Druck von weniger als 0,01 Pa im Massenspektrometer erreicht wird. Als Nebeneffekt verhindert die Kühlfallen zusätzlich die Verunreinigung des Massenspektrometers mit Diffusionspumpenöl oder anderen kondensierbaren Gasen, die eventuell aus nicht gereinigten Prüfobjekten austreten.

In Abb. 5 ist nur das Nachweissystem eingezeichnet, in der Praxis ist eine sogenannte Hilfspumpe zur Vorevakuiierung des Prüflings erforderlich, da die Hochvakuumpumpe erst ab ca. 1 Pa genügend Saugvermögen besitzt, um den Prüfling unter Vakuum halten zu können. In manchen Fällen wird auch über eine Umwegleitung und weitere Ventile die Vorvakuumpumpe als Hilfspumpe benutzt und die Hochvakuumpumpe solange vom Vorvakuum getrennt. In diesem Fall können aber nur begrenzte Prüflingsvolumina ausgepumpt werden, da die Hochvakuumpumpe nicht beliebig lange ohne Vorvakuumpumpe auskommt.

Vorteile der Hauptstromleckdetektoren sind ein großes Heliumsaugvermögen am Einlass und damit eine kurze Ansprechzeit auch bei großen Prüflingsvolumina sowie eine sehr niedrige Nachweisgrenze bis herab in den 10^{10} Pa L/s-Bereich. Erkauft wird dies allerdings mit der umständlichen Handhabung von flüssigem Stickstoff und einem schwierig zu automatisierenden Übergang vom Vorevakuiieren zum Messbetrieb (bei wechselnden Wasserdampfanteilen ist nämlich der Druck, bei dem das Einlassventil zur Hochvakuumpumpe geöffnet werden darf, nicht definiert und nur durch Probieren zu ermitteln). Beide Nachteile haben die breite Verwendung von Hauptstromleckdetektoren in der Industrie verhindert.

3.6.2 Gegenstromleckdetektoren

Bei den Gegenstromleckdetektoren (Abb. 6) wird der gesamte Gasstrom q aus dem Prüfling nur über die Vorvakuumpumpe geführt und gelangt von dort aus „rückwärts“ oder im Gegenstrom über die Hochvakuumpumpe in das Massenspektrometer. Auch hier wird entsprechend der elektrischen Analogie aus dem Heliumstrom q_{He} ein Heliumpartialdruck erzeugt, allerdings über der Vorvakuumpumpe mit dem Saugvermögen S_V . Dieser Heliumpartialdruck im Vorvakuum bewirkt wegen des Kompressionsfaktors K_{He} der Hochvakuumpumpe einen um diesen Faktor niedrigeren Heliumpartialdruck im Massenspektrometer. Für die angezeigte Leckrate q_i gilt damit:

Abb. 5 Nachweissystem eines Heliumleckdetektors nach dem Hauptstromprinzip (die Diffusionspumpe kann auch eine Turbomolekularpumpe sein)

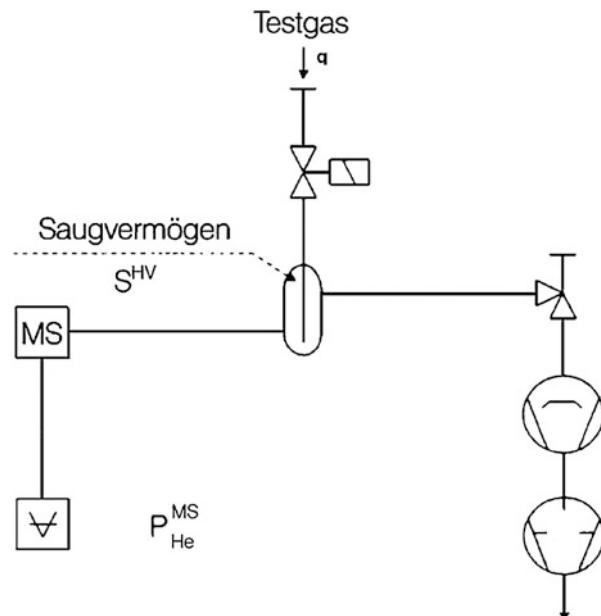
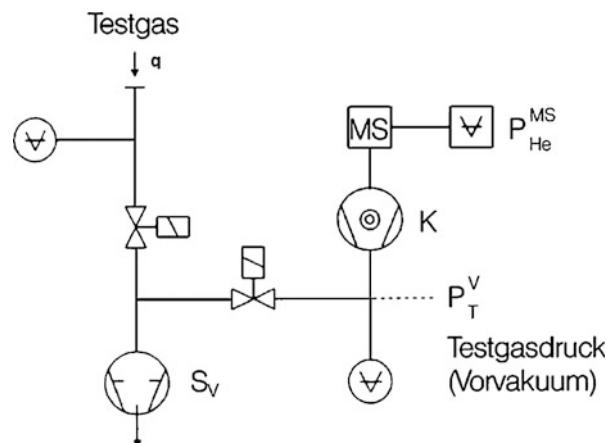


Abb. 6 Nachweissystem eines Gegenstromleckdetektors



$$q_i \propto p_{\text{He}}^{\text{MS}} = \frac{q_{\text{He}}}{K_{\text{He}} \cdot S_{\text{He}}^V} \quad (3)$$

Ein solcher Gegenstromleckdetektor hat die gleiche Empfindlichkeit wie ein Hauptstromleckdetektor, wenn der Nenner in Gl. 3 gleich dem Nenner in Gl. 2 ist, d. h., wenn das Produkt von Vorvakuumsaugvermögen und Kompression der Turbopumpe gleich dem Saugvermögen der Hochvakuumpumpe im Hauptstromlecksucher ist.

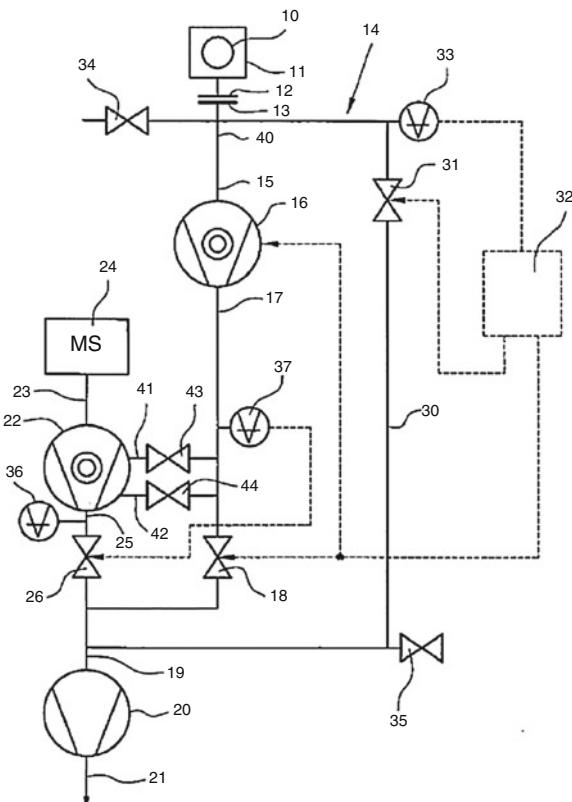
Eine Kühlfalle mit flüssigem Stickstoff ist bei dieser Anordnung nicht mehr erforderlich, da alle Gase mit höherem Molekulargewicht als Helium entsprechend der exponentiell ansteigenden Kompression (vgl. ► Kap. 19, „Molekular- und Turbomolekularpumpen“) wirksam aus dem Hochvakuum ferngehalten werden. Praktisch wird bei einer Turbomolekularpumpe die Drehzahl so eingestellt, dass z. B. $K_{\text{He}} = 50$ beträgt. Damit ist typischerweise $K_{\text{H}_2\text{O}} = 4000$ und $K_{\text{N}_2} = 30.000$. Das bedeutet, dass das Partialdruckverhältnis von Helium zu Stickstoff im Massenspektrometer 600-mal größer als im Vorvakuum ist und gegenüber Wasserdampf immer noch 80-mal größer. Damit werden Verhältnisse erzeugt, die bezüglich der Wasserdampfunterdrückung etwa dem Einsatz einer Kühlafalle entsprechen.

Der wesentliche Vorteil des Gegenstromleckdetektors besteht darin, dass er auch ohne flüssigen Stickstoff die Messbereitschaft sehr schnell erreicht, denn beim Abpumpen wird der Prüfling nur auf den Vorvakuumdruck für die Turbomolekularpumpe gebracht (10 Pa) und damit der Desorptionsbereich im Prüfling (siehe Abb. 4) bis zur Messbereitschaft gar nicht erreicht. Der Übergang vom Vorevakuiieren zum Messbetrieb ist im Gegenstromleckdetektor unabhängig vom Wasserdampfgehalt und damit einfach druckgesteuert möglich. Eine Vollautomatisierung der Leckdetektorabläufe konnte deshalb einfach realisiert werden.

Die Anforderungen an die Vorvakuumpumpe (Heliumdichtheit und Saugvermögensstabilität) sind gegenüber dem Hauptstromleckdetektor allerdings deutlich gestiegen, da sie nun anstelle der Hochvakuumpumpe die „Messgaspumpe“ geworden ist. Durch die Verwendung von Compound-Turbomolekularpumpen konnte man die Anforderungen an die Vorvakuumpumpe in letzter Zeit wieder reduzieren, da die Holweckstufen der Turbopumpe mit ihrer hohen Kompression in Serie mit der Vorvakuumpumpe als stabile Vorpumpe wirken.

Beim Prüfen größerer Prüflingsvolumina zeigt sich, dass das Heliumsaugvermögen der Vorvakuumpumpe (die ja direkt am Leckdetektoreinlass wirksam ist) für die geforderte kurze Ansprechzeit im Sekundenbereich nicht ausreicht. Diesen Nachteil kann eine weitere Hochvakuumpumpe im Einlass beheben, eine so genannte „Boosterpumpe“. Bisher war der Einsatz einer solchen zusätzlichen Turbomolekularpumpe nur wirtschaftlich, wenn sie mit der Gegenstrompumpe zusammengefasst wird. Hierfür sind die unterschiedlichsten Lösungen gefunden worden, die immer in der Aufteilung eines Turbopumpenrotors in mehrere Bereiche mit entsprechenden zusätzlichen Einlassöffnungen bestehen [4]. Ein Beispiel für eine innovative Lösung zeigt Abb. 7: Hier wurde eine relativ kleine (50 L/s), separate Turbomolekularpumpe als Boosterpumpe im Einlass eingesetzt. Die Besonderheit besteht darin, dass ein (großes und teures) Einlassventil oberhalb dieser Pumpe eingespart wurde und dadurch das volle Saugvermögen am Einlass zur Verfügung steht. Die Turbopumpe läuft nicht

Abb. 7 Vakumschema eines modernen Heliumleckdetektors mit separater Boosterturbopumpe im Einlassbereich und Gegenstromturbopumpe mit Holweckvorstufe und mehreren Zwischeneinlässen (UL5000, INFICON). Die Abbildung stammt aus der Patentanmeldung DE 103106633, die die Verwendung einer Boosterturbopumpe ohne Einlassventil beschreibt. Im Folgenden sind nur die wesentlichen Elemente benannt: 13 Einlassflansch; 31 Vorevakuierungsventil; 33 Einlassdruckmessstelle; 34 Belüftungsventil; 16 Boosterturbopumpe; 37 Zwischendruckmessstelle; 43, 44 Einlassventile; 22 Gegenstromturbopumpe; 24 Massenspektrometer; 36 Vorvakuumdruckmessstelle; 35 SpülgeEinlass; 20 Scroll-Vorvakumpumpe



ständig, sondern wird mit dem Prüfling zusammen geflutet (und abgebremst) und erst beim nächsten Vorevakuierungszyklus wieder gestartet.

Die Nachweisgrenzen moderner Gegenstromleckdetektoren bewegen sich typischerweise im unteren 10^{-8} Pa · L/s und 10^{-9} Pa · L/s (10^{-10} mbar · L/s und 10^{-11} mbar · L/s) Bereich und sind damit inzwischen vergleichbar zu den früheren Hauptstromleckdetektoren. Entscheidend ist für den praktischen Einsatz, dass der Messbereich zu großen Leckraten erheblich erweitert wurde und außerdem Einlassdrücke von bis zu mehreren hPa üblich geworden sind, was im industriellen Einsatz unabdingbar ist.

3.6.3 „Nasse“ und „trockene“ Leckdetektoren

Die bisher beschriebenen Heliumleckdetektoren verwenden einen konventionellen Hochvakuumpumpsatz mit einer Diffusions- oder Turbomolekularpumpe und einer ölgedichteten Drehschieberpumpe. Ungefähr seit 1990 wird aber von der Halbleiterindustrie zur Vermeidung von Verunreinigungen die Verwendung sogenannter „trockener“ Pumpensysteme in Chipfabriken massiv vorangetrieben und diese Entscheidung erzwang auch die Entwicklung „trockener“ Leckdetektoren. Man versteht darunter Heliumleckdetektoren, die nach dem Gegenstromprinzip arbeiten, dabei aber als Vorpumpen Membranpumpen oder andere trockene Pumpen verwenden [5]. Möglich

wurde dies durch den Einsatz so genannter „Compound“-Turbomolekularpumpen mit einer zusätzlichen Holweckstufe, die den relativ hohen Enddruck (typ. 1 hPa) solcher trockener Pumpen als Vorvakuumdruck toleriert.

Für Heliumleckdetektoren ergeben sich dennoch Probleme aus dem Nachweis sehr niedriger Heliumpartialdrücke auf diesem hohen Basisdruck der Membranpumpe, im Wesentlichen durch das verschwindende effektive Heliumsaugvermögen bei Enddruckbetrieb. Ein trockener Leckdetektor hat deshalb in der Regel einen Einlass für Luft als Spülgas im Vorvakuum, um einen sicheren Gastransport und damit eine vertretbare Ansprechzeit sicherzustellen. Ein typisches Vakümschema eines solchen Leckdetektors in einer portablen Ausführung zeigt Abb. 8.

Der in Abb. 8 gezeigte trockene Leckdetektor kompensiert ein weiteres Problem trockener Pumpsysteme, nämlich die Instabilität des Membranpumpensaugvermögens, durch eine Modulation des eingelassenen Gasstromes. Der Nachweis des Ionenstroms im Vorverstärker des Massenspektrometers erfolgt dabei mit einem phasenempfindlichen („Lock-In“) Verfahren, wobei nur Ströme nachgewiesen werden, die nach Frequenz und Phase mit dem modulierten Gasstrom übereinstimmen. Alle davon abweichenden Schwankungen des Ionenstroms werden effektiv unterdrückt. Damit ist eine Nachweisgrenze im $10^9 \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ -Bereich erreichbar.

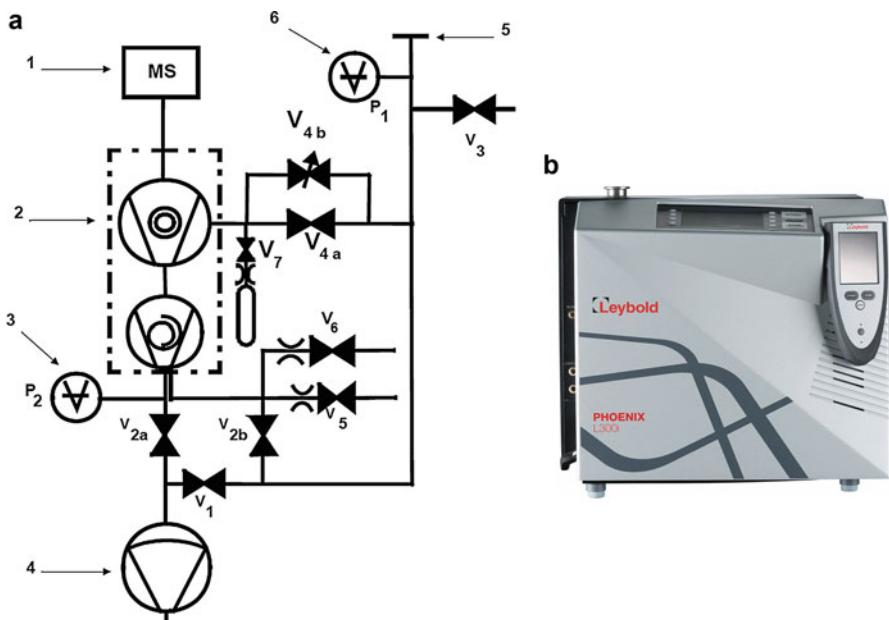


Abb. 8 Vakuumschema (links) und Ansicht (rechts) eines portablen trockenen Gegenstromleckdetektors mit Compound-Turbomolekularpumpe und Einlassgasstrommodulation (Leybold PhoenixXL300): 1 Massenspektrometer; 2 Compoundturbopumpe; 3 Vorvakuumdruckmessstelle; 4 Membranvorvakumpumpe; 5 Einlassflansch; 6 Einlassdruckmessstelle; V1 Vorevakuiierungsventil; V2a, V2b Gegenstromventile; V3 Flutventil; V4a Einlassventil; V4b Einlassregelventil; V5 HV-Flutventil; V6 Spülgasventil; V7 Ventil für internes Prüffleck

Bei Verwendung von höherwertigen trockenen Vorpumpen, wie z. B. Scroll-Pumpen [6] mit Enddrücken im 1 Pa-Bereich sind Nachweisgrenzen wie bei „nassen“ Leckdetektoren erreichbar. Der Leckdetektor in Abb. 7 hat eine Nachweisgrenze im Bereich von 10^{-11} Pa · L/s. Wegen des deutlich höheren Preises solcher Pumpen und ihres höheren Verschleißes werden sie aber bis heute fast nur für Prüfungen an Halbleiteranlagen eingesetzt.

3.7 Schnüffeleinrichtungen für Heliumleckdetektoren

Der Heliumleckdetektor wird auch für die Überdrucklecksuche eingesetzt und dazu mit einer Schnüffeleinrichtung ausgestattet. Das Prinzip der Überdrucklecksuche wird im ► Abschn. 1.2 in Kap. 38, „Lecksuchtechniken“ beschrieben.

Eine Schnüffeleinrichtung für einen Heliumleckdetektor besteht aus einem Schlauch mit einer feinen Spitze, die eine Drosselstelle enthält, um damit einen Luftstrom in das Nachweissystem des Leckdetektors einzulassen. Wenn dieser Luftstrom Helium aus der Atmosphäre ansaugt, wird es im Massenspektrometer des Leckdetektors nachgewiesen. Hierbei ist die Nachweisgrenze im Wesentlichen durch die Konstanz der Luftheilumkonzentration begrenzt.

Die ersten Schnüffler besaßen ein kleines Dosierventil an der Schnüffelspitze, später auch Membranen, mit denen man einen leichten Anreicherungseffekt für Helium erzielt. Sie waren zwar hochempfindlich für die Heliumkonzentration in der Wolke vor dem Leck, da aber die Abhängigkeit der Anzeige vom Leckabstand relativ stark war, konnte man ein Leck zwar empfindlich messen, aber in der Suchbewegung nur schwer finden (Genaueres siehe ► Abschn. 1.2, 1.3, 1.4 in Kap. 38, „Lecksuchtechniken“).

Ein höherer Gasdurchsatz durch einen laminar durchströmten Schlauch brachte hier Abhilfe. Allerdings war dieser Gasstrom zu groß für einen direkten Einlass ins Nachweissystem des Leckdetektors, weshalb man nur einen kleinen Teilstrom aus dem Schnüffelgasstrom in das Hochvakuum des Massenspektrometers einlassen konnte. Diese Einrichtung wurde unter dem Handelsnamen „Quicktest“ (Leybold Vakuum) bekannt. Bei den modernen Gegenstromleckdetektoren, die einen relativ hohen Gesamtgasstrom am Einlass tolerieren, kann die Drosselung einfach durch Länge und Durchmesser des Schnüffelschlauches so eingestellt werden, dass einerseits genügend Gas an der Spitze angesaugt wird, aber andererseits ein Direkteinlass ins Nachweissystem gelingt. Damit sind sehr einfache und robuste, gleichzeitig aber empfindliche Schnüffeleinrichtungen möglich geworden.

3.8 Anwendungsfelder der massenspektrometrischen Heliumleckdetektoren

Massenspektrometrische Heliumleckdetektoren (MSLD) werden überall dort eingesetzt, wo es wie in der Forschung auf höchste Empfindlichkeit oder in der Industrie auf ein nach DIN/ISO 9000 zertifizierbares Messverfahren ankommt. Dabei wird für quantitative Leckratenmessungen eher das Vakuumverfahren und zur Lecklokalisie-

rung häufig das Schnüffelverfahren mit Prüfgasüberdruck im Prüfling benutzt. Letzteres bietet sich bei industriellen Bauteilen aller Art an, die auch im Betrieb unter Überdruck stehen.

In der Halbleiterindustrie werden mobile MSLD (Abb. 9) routinemäßig im Reinraum beim vorbeugenden Service an Vakuumbeschichtungsanlagen eingesetzt. Bei der Fertigung solcher Anlagen benutzt man stationäre MSLD mit großen Pumpen, um die relativ großen Kamervolumina mit oft großer innerer Oberfläche schnell abpumpen und empfindlich prüfen zu können. Dabei sind in der gesamten Halbleiterindustrie heute nur noch „trockene“ Pumpsysteme zulässig, so dass auch die Leckdetektoren sich dieser Anforderung stellen müssen.

4 Kältemittelleckdetektoren

4.1 Aufbau und Funktion

Kältemittelleckdetektoren arbeiten ausschließlich nach dem Schnüffelprinzip, da Kältemittel heute wegen ihres Ozonabbau- und Treibhauspotenzials nicht mehr als Prüfgase frei in die Atmosphäre gesprüht werden dürfen. Kältemittelleckdetektoren benutzen verschiedene Prinzipien zum empfindlichen Nachweis von Kältemitteln, die aus gefüllten Kältemittelkreisläufen austreten. Dabei sind die hochwertigsten Geräte wie beim Heliumleckdetektor mit Massenspektrometern ausgestattet, ein einfaches Gerät ist der Alkali-Ionen-Sensor, der ein elektrochemisches Prinzip benutzt, und als noch jüngstes Verfahren wird auch die Infrarotabsorption eingesetzt. In diesem Abschnitt soll auf

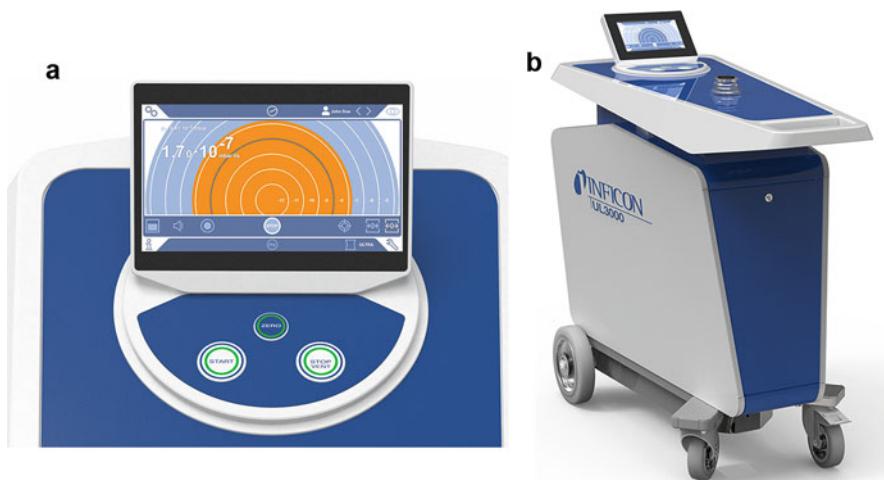


Abb. 9 Mobiler trockener Leckdetektor für den Service an Halbleiteranlagen in Reinräumen. Links: Display- und Bedieneinheit, Rechts: Gesamtansicht (INFICON GmbH, Köln)

den massenspektrometrischen Kältemittelleckdetektor eingegangen werden, die anderen Prinzipien sind weiter unten (Abschn. 7.2 und 7.3) kurz beschrieben.

In einem Kältemittelleckdetektor wird ausschließlich das Quadrupol-Massenspektrometer mit einem Massenbereich von 0 amu–200 amu als Partialdrucksensor eingesetzt, da die verschiedenen Kältemittel charakteristische Linien in diesem Massenbereich besitzen. Das Gegenstromprinzip kann nicht benutzt werden, da die Kältemittel mit ihren Massen im Bereich von 58 (Butan) und 127 (SF_6) nicht im Gegenstrom von anderen, häufig leichteren Gasen (insbesondere Wasserdampf) zu trennen sind. Die Kältemittel weisen ausgeprägte und charakteristische Einzellinien im Spektrum auf, deshalb werden sie im Allgemeinen auf einer ausgewählten Einzellinie nachgewiesen. Das Spektrum von gängigen Kältemitteln zeigt Tab. 1. Durch die Einzellinienauswertung entfallen aufwändige Auswerte-Algorithmen und die Geräte haben sehr kurze Ansprechzeiten, was für die Lecklokalisierung wichtig ist.

In modernen massenspektrometrischen Schnüffelleckdetektoren werden die zusätzlichen Massenlinien in Softwarealgorithmen zur Störgasunterdrückung benutzt, denn die sogenannten „Aufschäumgase“ für Isolierschäume haben oft die gleiche Hauptmassenlinie und erzeugen eine Anzeige, welche Leckagen überlagert.

Mit dem Quadrupol-Massenspektrometer lässt sich natürlich auch Helium nachweisen und da hierbei das Gegenstromprinzip mit Gaseinlass im Vorvakuum genutzt werden kann, ist ein Kältemittelleckdetektor für Helium nahezu genauso empfindlich wie ein klassischer Leckdetektor mit Sektorfeldspektrometer. Man kann also mit ein- und demselben Gerät sowohl die Heliumvorprüfung als auch die Endprüfung bei gefülltem Kältemittelkreislauf durchführen, beides allerdings nur im Schnüffelbetrieb.

Kältemittelleckdetektoren sind eigentlich nur für die Lokalisierung von Lecks geeignet, da die Schnüffellecksuche stark abstands- und geschwindigkeitsabhängig ist (siehe Abb. 2 und ► Abschn. 1.4 in Kap. 38, „Lecksuchtechniken“). In der industriellen Praxis wird aber üblicherweise eine halbquantitative Prüfung mit einem fest eingestellten Schwellwert („Rückweisegrenze“) durchgeführt. Wenn die Prüfbedingungen reproduzierbar eingehalten werden, kann man einen Schwellwerttrigger für die Rückweisegrenze nutzen. Hierzu müssen die Geräte neben einer optischen vor allem eine gut hörbare akustische Alarmfunktion besitzen. Während Heliumleckdetektoren zur Lokalisierung meist eine je nach Größe des Lecks variable Tonhöhe erzeugen, braucht ein Kältemittelleckdetektor nur einen einfachen Alarmton, der genau am Schwellwert (=Rückweisegrenze) einsetzt und die Überschreitung der zulässigen Grenzleckgerate anzeigt.

4.2 Anwendungsfelder

Massenspektrometrische Kältemittelleckdetektoren werden in der Endprüfung bei der Fertigung von Klimageräten im Automobil und von Kühltruhen eingesetzt. Da sie sehr universell sind und praktisch jedes Gas nachweisen können, lassen sich auch die immer wieder neu in Verkehr gebrachten Kältemittel und Gemische meist problemlos und vor allem mit hoher Genauigkeit nachweisen. Damit sind die Geräte trotz ihres relativ hohen Preises im Vergleich zu einfachen

Tab. 1 Massenspektren von Kältemitteln: R134a, ein voll fluoridiertes Kältemittel (FKW) das überwiegend in Autoklimaanlagen eingesetzt wird, R600/R600a = Butan und Isobutan, reine Kohlenwasserstoffe (KW) ohne Chlor und Fluor, die in Kühlbehältern eingesetzt werden und R22, ein Fluor-Chlor-Kältemittel (FCKW), das aufgrund seines Ozonabbaupotenzials nicht mehr eingesetzt werden darf. (in diesen so genannten „Bruchstücksspektren“ sind die prozentualen Intensitäten der Massenlinien normiert auf die intensivste Linie des jeweiligen Gases angegeben)

Kurzbez.	Chemischer Name	Formel	Molmasse	%	M	%	M	%	M	%	M	%	
R134a	1,1,1,2-Tetrafluoroethane	$\text{CH}_2\text{F-CF}_3$	102,03	33	100	69	72	83	63	51	14	63	7
R600	Butan	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$	58,12	43	100	29	44	41	32	42	13	58	12
R600a	Isobutan	$\text{CH}(\text{CH}_3)_2\text{-CH}_3$	58,12	43	100	42	37	41	35	58	4	27	17
R22	Chlorodifluormethan	CHClF_2	86,47	51	100	67	15	35	12				

Servicegeräten ein wesentlicher Faktor der Qualitätssicherung bei der Fertigung moderner Kälte- und Klimakomponenten.

5 Prüflecks

Prüflecks werden zur Kalibrierung von Leckdetektoren benötigt. Sie sind Stromquellen für Prüfgas, analog einer Stromquelle für elektrischen Strom (siehe auch Abb. 2). Ähnlich dem elektrischen Fall bestehen sie aus einem unter Druck stehenden Gasvorrat (analog einer Spannungsquelle) und einer davor angeordneten Engstelle als Strömungswiderstand (analog dem hochohmigen Widerstand einer elektrischen Stromquelle). Die Bauart der verschiedenen Prüflecks unterscheidet sich vor allem in der Natur der Engstelle, die lochartig (Leitwertleck) oder membranartig (Permeationsleck) ausgebildet sein kann.

5.1 Permeationslecks

Für Helium werden Permeationslecks mit einer Quarzglasmembran gebaut (Abb. 10). Diese „Membrane“ wird üblicherweise als einseitig geschlossenes Hartglasrohr ausgeführt, das von einem unter dem Druck von einigen Bar stehenden Heliumreservoir umgeben wird. Ein solches Leck ist nach der Einlaufphase von einigen Stunden sehr langzeitstabil und unempfindlich gegen Verstopfen. Es hat allerdings aufgrund der Permeationsströmung einen exponentiellen Temperaturkoeffizient, der linear mit ca. 3,5 %/K angenähert werden kann [7]. Helium-Permeationslecks werden am häufigsten im Bereich von 10^{-6} Pa · L/s (10^{-8} mbar.l/s) hergestellt.

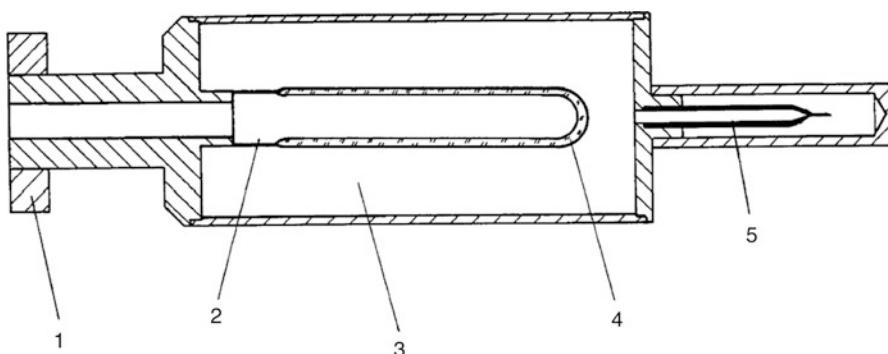


Abb. 10 Querschnitt durch ein Helium-Permeationsleck mit Gasvorrat: 1 Anschlussflansch; 2 Glas/Metallübergang; 3 Heliumgasvolumen; 4 leitwertbestimmendes Quarzglasrohr; 5 gequetschtes Kupferröhrchen; zum Befüllen mit Helium

Man kann unter Verwendung von geeigneten Kunststoffmembranen auch Permeationslecks für Kältemittel herstellen. Diese lassen sich mit flüssigem Kältemittel füllen und haben dadurch eine lange Lebensdauer.

5.2 Leitwertlecks

Die meisten Leitwertlecks werden als Kapillaren ausgeführt. Man kann Glasrohre zu Kapillaren ausziehen oder Metallrohre „krimpen“, d. h. mit einer Zange an einer Stelle soweit zusammendrücken, bis der gewünschte Drosselleffekt erreicht ist. Die definiertesten Lecks erreicht man allerdings mit glatten Glaskapillaren konstanten Durchmessers, da die Strömungsverhältnisse dann sicher laminar sind und keine Leckstromveränderung aufgrund von Strömungsumschlägen ins turbulente Gebiet zu befürchten ist [8]. Leitwertlecks lassen sich auch durch Pressen von Metallpulvern oder Sintern von Keramik herstellen, allerdings sind solche Gebilde meist nicht so langzeitstabil und reproduzierbar wie Kapillarlecks.

Leitwertlecks haben nur einen geringen Temperaturkoeffizienten von ca. 0,3 %/K [9], so dass man sich üblicherweise nicht um eine Korrektur kümmern muss. Alle Leitwertlecks sind empfindlich gegen Verstopfen, naturgemäß um so mehr, je kleiner ihre Leckrate ist. Sie müssen deshalb insbesondere bei starken Klimawechseln bis zum Einsatz verschlossen aufbewahrt werden. Sinnvollerweise werden Leitwertlecks nur mit Leckraten $>10^{-5}$ Pa · L/s (10^{-7} mbar · L/s) hergestellt, da sonst die Verstopfungsgefahr zu groß ist.

5.3 Praktische Ausführungen von Prüflecks

Prüflecks können aufgrund ihrer unterschiedlichen Prinzipien, aber auch wegen ihrer Einsatzzwecke in der Praxis ganz unterschiedlich ausgeführt sein. Einige Beispiele zeigt Abb. 11.

Grundsätzlich muss zwischen Lecks mit und ohne Gasvorrat unterschieden werden. Permeationslecks können nur mit Gasvorrat realisiert werden, da sie nach der Befüllung mit Helium eine stundenlange Einstellzeit benötigen, bis die Leckrate stabil ist. Leitwertlecks kann man auch ohne Gasvorrat herstellen, was sie insbesondere zur Simulation von Lecks an Anlagen einsetzbar macht.

Kalibrierung von Prüflecks

Da Prüflecks die Basis für die rückführbare Kalibrierung von Heliumleckdetektoren darstellen, müssen sie entsprechend kalibriert werden können. Die grundsätzlichen Verfahren zur Prüfleckkalibrierung sind in der DIN EN ISO 20486 beschrieben. Man unterscheidet Methode A: Vergleich mit einem Referenzleck, Methode B: Vergleich mit zwei Referenzlecks und weitere Methoden (C bis G) zur Flussmessung auch bei größeren Durchflüssen.

Die Methode B wird von den Konformitätsbewertungsstellen der deutschen Akkreditierungsstelle (DAkkS), früher DKD, angewendet. Bei DKD/DAKKS-



Abb. 11 Unterschiedliche Bauformen von Prüflecks. Von links nach rechts: Kapillarleck (Bereich 10^{-2} Pa L/s und größer) ohne Prüfgassvorrat; Kapillarleck mit Handventil, Prüfgassvorrat und einstellbarem Vordruck für Leckraten von 10^{-4} bis 10^{-2} Pa L/s; Einbauprüfleck mit Magnetventil (Permeations- oder Kapillartyp); Permeationsprüfleck (Bereich 10^{-6} Pa L/s und kleiner) mit Handventil und Heliumvorrat

kalibrierten Lecks ist sichergestellt, dass ihr Wert rückführbar ist auf den nationalen Standard in Deutschland (siehe ► Abschn. 3 in Kap. 29, „Kalibrierung von Vakuummessgeräten“). In anderen Ländern existieren ähnliche Organisationen, die rückführbare Kalibrierungen von Prüflecks sicherstellen. Zur Genauigkeit von Heliumprüflecks siehe [10].

6 Messeigenschaften und Kalibrierung/Justierung von Leckdetektoren

6.1 Leckdetektoren als Prüfmittel im Sinne der DIN/EN/ISO 9001

Leckdetektoren sind als Prüfmittel im Sinne der DIN ISO 9001 einsetzbar. Die Norm schreibt dazu eine regelmäßige Überwachung der Prüfmittel vor, bei der ihre Funktion geprüft wird. Bei den Heliumleckdetektoren ist im Unterschied zu den meisten anderen Prüfmitteln nicht das Gerät der Träger der Kalibrierung, sondern ein oder mehrere Prüflecks, die zur Justierung von Heliumleckdetektoren verwendet werden. Die Prüflecks kann man als Helium-„Stromquellen“ in Analogie zur elektrischen Stromquelle bezeichnen. Sie geben einen genau bekannten Heliumstrom ab, auf dessen Wert die Anzeige eines Leckdetektors beim Kalibriervorgang eingestellt („justiert“) wird (siehe Abschn. 5). Bei der Durchführung der Kalibrierung/Justierung ist zu beachten, dass zunächst der Nullpunkt der Anzeige bei geschlossenem Prüfleck richtig eingestellt werden muss, erst dann wird das Leck geöffnet und nach

Einstellung einer stabilen Anzeige der „Kalibrierfaktor“ bestimmt, d. h. der Faktor, mit dem die Anzeige multipliziert werden muss, um den richtigen Prüfleckwert zu ergeben. Bei modernen Geräten werden diese Vorgänge meist vollautomatisch vom Leckdetektor selbst gesteuert, wobei in vielen Fällen ein eingebautes Prüfleck verwendet wird.

6.2 Unsicherheit der Kalibrierung/Justierung

Mit dem Kalibrier/Justiervorgang bestimmt man die Lage und Steigung einer Kalibriergeraden. Die Steigung dieser Geraden kann man auch als Empfindlichkeit bezeichnen, die Lage wird durch das Nullsignal, also die Anzeige bei geschlossenem Prüfleck, definiert. Einflüsse auf die Messunsicherheit entstehen durch drei einzelne Effekte: die Abweichung von der Geraden (Nichtlinearität), die Abweichung der Nullpunktllage (Nullpunkttdrift) und die Abweichung der Steigung (Empfindlichkeitsdrift). Wie häufig man einen Leckdetektor mit einem Prüfleck justieren muss, ergibt sich aus der Größe der Abweichungen, die vor allem durch geänderte Temperatur hervorgerufen werden. Mindestens bei jedem Standortwechsel sollte man die Justierung überprüfen, häufiger bei stark wechselnden Temperaturen am Aufstellungsplatz. Obwohl moderne Leckdetektoren nach dem Einschalten bereits in wenigen Minuten messbereit sind, empfiehlt es sich, genaue Messungen erst 1 bis 2 Stunden nach Einschalten durchzuführen. Eine Justierung sollte auch erst nach dieser Aufwärmphase erfolgen, da sonst das Ergebnis eher schlechter als der ursprüngliche Zustand ausfallen kann.

Man muss sich darüber im Klaren sein, dass die übliche Einstellung des Lecksuchers einer 1-Punkt Kalibrierung entspricht, mit dem Nullpunkt als zweite Bestimmungsgröße für die Kalibriergerade. Man unterstellt also Linearität des Nachweisystems. Wollte man die Linearität eines Leckdetektors überprüfen, so müsste man mit einer Reihe von Prüflecks über den gewünschten Bereich die Anzeigen über den Prüfleckraten auftragen. Wenn man die angegebenen Messunsicherheiten von Prüflecks betrachtet, die typischerweise im Bereich von ± 5 bis ± 15 % vom Wert liegen, so erkennt man, dass es heute noch keine genaue Methode zur Linearitätsüberprüfung eines Leckdetektors gibt, denn die Linearitätsabweichungen liegen in derselben Größenordnung: Man kann eine Nichtlinearität von max. ± 20 % für Heliumleckdetektoren zugrundelegen. Für genaueste Messungen sollte deshalb das Prüfleck in derselben Dekade wie das Messergebnis liegen, damit die Linearitätsabweichung vernachlässigbar wird.

Die zweite Unsicherheit einer Kalibrierung ist der Nullpunkt der Kalibriergeraden. Hier ist es vor allem die thermische Verschiebung, die Abweichungen bei der Messung kleiner Leckraten verursachen kann. Verschiebungen, die zu negativen Anzeigen führen, werden meist von automatischen Nullpunktanpassungen der Geräte kompensiert, bei Verschiebungen zu größeren Werten hilft nur eine regelmäßige Überprüfung des Nullpunktes durch Schließen des Prüfleckventils. In der Praxis werden allerdings die Schwankungen des Nullsignals durch Untergrundheliumkonzentrationen meist größer sein als die thermische Nullpunkttdrift des Gerätes selbst.

Die Empfindlichkeit eines Leckdetektors unterliegt ebenfalls einer Temperaturdrift, die vor allem durch den Temperaturkoeffizienten des Magneten im Massenspektrometer und die Eigenschaften des Vorverstärkers bestimmt ist. Durch hochwertige Magnetmaterialien und gut temperaturkompensierte Verstärker ist dieser Einfluss bei modernen Geräten gering. Bei stark veränderter Umgebungstemperatur ist eine Neueinjustierung des Leckdetektors mit einem temperaturkorrigierten Prüfleck in jedem Fall zu empfehlen.

7 Leckdetektoren mit anderen Sensorprinzipien

7.1 Heliumschnüffler mit Quarzglasmembranen

Schon in den 1960er-Jahren wurde versucht, Heliumleckdetektoren ohne Massenspektrometer zu realisieren. In einer Diplomarbeit des Kernforschungszentrums Karlsruhe wurde bereits 1966 ein Schnüffler vorgestellt, der zum Nachweis von Helium den Totaldruckanstieg in einem abgeschlossenen Hochvakuum benutzte, den man in einer Gasentladung bzw. Ionenerstäuberpumpe messen kann. Als Trennsystem verwendete dieses System den selektiven Heliumeinlass durch eine mit Wolframwendel beheizte Quarz (SiO_2)-Membran [11], die einfach durch eine ausgezogene dünne (ca. 100 µm) Stelle an der Stirnseite eines Glasrohres hergestellt wurde.

In den 1990er-Jahren wurde der batteriebetriebene Heliumschnüffler HELITEST der Firma VARIAN/AGILENT nach diesem Prinzip [12] vorgestellt. Er benutzt eine dünne, über eine Drahtwendel geheizte Glaskapillare als Einlassmembran für Helium und eine Mini-Ionenerstäuberpumpe als Nachweissystem und kann Leckraten bis in den Bereich von 10^{-4} Pa · L/s detektieren.

Im Jahr 2005 stellte die Firma INFICON den ersten Quarzfenster-Leckdetektor für industrielle Prüfungen an Klimaanlagenbauteilen vor (PROTEC P3000), der Heliumleckraten bis herab zu $2 \cdot 10^{-5}$ Pa · L/s quantitativ und mit kürzester Ansprechzeit nachweisen kann [13].

In diesem Gerät wird als SiO_2 -Membran eine ca. 7 µm dicke Oxidschicht auf einem Siliziumchip eingesetzt, wobei der Chip mit mikromechanischen Verfahren mit einer Vielzahl von geätzten Löchern versehen ist, die von der SiO_2 -Schicht verschlossen sind. Der Siliziumchip ist anodisch an ein Glasgehäuse „gebondet“, in dem ohne Helium ein Totaldruck von ca. 10^{-10} Pa herrscht und wird über einen aufgestäubten („gesputterten“) Platinheizmäander auf einige hundert Grad beheizt. Der Ionenstrom einer Penningentladung im Glasgehäuse ist ein Maß für den Druckanstieg durch eindringendes Helium und damit für die aufgenommene Leckgerate.

7.2 Halogenleckdetektoren mit Alkali-Ionen-Sensor

Der Halogenleckdetektor mit Alkali-Ionen-Sensor ist der klassische Kältemittelschnüffler (das Nachweisprinzip wurde bis zum Verbot der Kältemittel als Prüfgase

auch im Feinvakuum als Lecksuchsonde eingesetzt). Sein Sensor weist gasförmige Halogenverbindungen (FCKW) nach, wobei eine auf ca. 800 °C–900 °C geheizte Emitterelektrode Alkali-Ionen emittiert und dieser Emissionsstrom bei Anwesenheit von Halogenen ansteigt. Die Nachweisempfindlichkeit liegt im 1 ppm-Bereich, allerdings zeigt das Gerät aufgrund der starken Nichtlinearität dieses Sensorprinzips keine Absolutwerte der Leckrate an, sondern benötigt eine Schwellwertkalibrierung mit einem Prüfleck, das die Rückweisleckrate darstellt. Dieser Wert wird als Trigger eingestellt und es kann nur seine Überschreitung gemeldet werden (meist akustisch mit einer Sirene). Das Sensorprinzip ist zwar noch sehr verbreitet, es kann aber nicht zwischen den verschiedenen Kältemitteln unterscheiden und reagiert recht empfindlich auf Störgase (Dämpfe von Wasser, Benzin, Alkohol, ...). Bei den heutigen Anforderungen an die Empfindlichkeit und Selektivität ist das Ende der Verwendung dieser Geräte abzusehen.

7.3 Halogenleckdetektoren mit Infrarot-Sensor

Ein messtechnisch besseres Prinzip zum Schnüffelnachweis von Kältemitteln ist die Lichtabsorption im mittleren Infrarot, die es erlaubt, die verschiedenen modernen Kältemittel empfindlich und mit hoher Selektivität nachzuweisen.

Hierbei wird das Gas durch eine Küvette geleitet und mit Infrarotlicht bestrahlt. Ein Detektor weist die absorbierte Lichtintensität nach. Durch eine wechselweise Gasansaugung aus der Umgebung des Lecks und aus dem Leck selbst kann eine gute Untergrundunterdrückung erreicht werden, was in einer industriellen Umgebung unabdingbar ist. Ein Gerät dieser Bauart ist in Abb. 12 zu sehen.

Abb. 12

Schnüffelleckdetektor für
Kältemittel nach dem
Infrarotsorptionsprinzip.
Das komplette
Nachweissystem ist im
Schnüffelhandgriff
untergebracht (HLD6000,
INFICON GmbH)



Im Unterschied zur Alkali-Ionen-Messzelle hat dieses Prinzip eine erheblich höhere Lebensdauer und erlaubt eine lineare Anzeige und damit eine Messung mit rückführbarer Kalibrierung wie nach der ISO 9000 für industrielle Prüfung gefordert.

Literatur

1. Int. Patentanmeldung INFICON GmbH, WO2013/072173, „Schnelle Lecksuche an formstein/schlaffen Verpackungen ohne Zusatz von Prüfgas“ (2013)
2. Nier, A.O., Stevens, C.M.: Mass spectrometer for leak detection. *J. Appl. Phys.* **18**, 30 (1947)
3. Nerken, A.: History of helium leak detection. *J. Vac. Sci. Technol. A* **9**, 2036 (1991)
4. Reich, G.: The principle of Helium enrichment in a counter flow leak detector with a turbo molecular pump with two inlets. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 2641 (1987)
5. Hablanian, M.: Use of oil-free mechanical pumps with leak detectors. *J. Vac. Sci. Technol. A* **9**, 2039 (1991)
6. Liepert, A., Lessard, P.: Design and operation of scroll-type dry primary vacuum pumps. *J. Vac. Sci. Technol. A* **19**, 1708 (2001)
7. Jitschin, W., Wandrey, D.: Temperature dependence of the leak rate of helium diffusion leak artefacts. *Vacuum* **38**, 503 (1988)
8. Chamberlin, J.L.: The modelling of standard gas leaks. *J. Vac. Sci. Technol. A* **7**, 2408 (1989)
9. Große Bley, W.: Temperature dependence and long-term stability of helium reference leaks. *Vacuum* **41**, 1863 (1990)
10. Große, G., Messer, G.: Summary abstract: calibration and long-term stability of helium reference leaks. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 2661 (1987)
11. Spiess, J.: Die Lecksuchröhre. Diplomarbeit KFK Karlsruhe (1966)
12. Audi, M.: An ion pump based leak detector. *Vacuum* **41**, 1856 (1990)
13. Wetzig, D.: Helium Partialdrucksensor statt Massenspektrometer im Helium Leckdetektor. *Vak. Forsch. Prax.* **21**(2), 8–13 (2009)



Primärnormale für das Vakuum

28

Karl Jousten

Zusammenfassung

Vakuummessgeräte, wie alle Messgeräte physikalischer Größen, müssen letztlich auf ein Primärnormal, welches die Verbindung zum internationalen Einheitensystem darstellt, zurückgeführt sein. Rückführung bedeutet, dass eine ununterbrochene Kette von Kalibrierungen bis zu einem Primärnormal besteht. Verschiedene Primärnormale decken den großen Druckbereich des Vakuum ab: Flüssigkeits- und Kolbenmanometer im Grobvakuum, Normale des statischen Expansionsverfahrens das Fein- und Hochvakuum, Normale des kontinuierlichen Expansionsverfahrens das Hoch- und Ultrahochvakuum.

1 Das internationale Einheitensystem

Dem stark steigenden Welthandel industrieller Güter im 19. Jahrhundert musste ein weltweit einheitliches Messwesen beigestellt werden. So wurde 1875 die internationale Meterkonvention gegründet, die im Jahre 1889 zunächst die Länge eines Meters und die Masse eines Kilogramms sowie die Sekunde als die gültigen Maße für die Unterzeichnerstaaten festlegte. Aus der Meterkonvention entwickelten sich weitere Organe der Metrologie und 1960 wurde das Internationale Einheitensystem (SI, frz. Système international d'unités) geschaffen. In diesem System gibt es seit 1971 sieben Basiseinheiten, die letzte eingeführte Basiseinheit war das mol für die Stoffmenge.

Die internationalen Definitionen der physikalischen Einheiten werden national in den sogenannten Metrologieinstituten umgesetzt. Dies geschieht durch Primärnormale oder, im Falle der Masse, durch Kopien des in Sèvres bei Paris gebunkerten Kilogrammstücks. In Primärnormalen für eine Messgröße werden Messmethoden

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

benutzt, die keinen Bezug zu einem Normal für genau diese Messgröße haben [1]. Da Primärnormale auch für aus den Basiseinheiten abgeleitete Einheiten wie den Druck existieren, wollen wir diese Vorgehensweise anhand eines Primärnormals für Druck erläutern: Wenn der Druck im Primärnormal als Kraft pro Fläche realisiert wird, dürfen eine Waage für die Masse, ein Gravimeter für die Schwerkraftbeschleunigung und ein Messgerät für die Länge, nicht jedoch ein anderes Druckmessgerät benutzt werden. In der Regel bezeichnet man jedoch ein Primärnormal auch dann als ein solches, wenn es zwar einen Bezug zu derselben Messgröße, hier Druck, hat, jedoch in einem ganz anderen Messbereich. Ein solches Beispiel ist ein Primärnormal für Vakuum nach dem statischen Expansionsverfahren (Abschn. 6).

Der fortschreitenden Globalisierung gegen Ende des letzten Jahrhunderts musste auch in der Metrologie weiter Rechnung getragen werden, stellte doch die Nichtanerkennung von Prüfungen und Kalibrierungen beim Übertritt über eine nationale Grenze ein erhebliches Handelshemmnis dar. Um diese zu überwinden, haben 1999 auch die meisten Staaten der Meterkonvention eine Vereinbarung (MRA, Mutual Recognition arrangement) unterzeichnet, wonach sie die Kalibrierscheine ihrer staatlich beauftragten Metrologieinstitute gegenseitig anerkennen, wenn die Staatlchen Metrologischen Institute sich bestimmten Grundsätzen unterwerfen. Dazu gehören unter anderem ein Qualitätsmanagement nach ISO 17025, die gegenseitige Offenlegung der Mess- und Kalibriermöglichkeiten und ein regelmäßiger Vergleich der nationalen Normale durch sogenannte Schlüsselvergleiche.

Diese Vergleiche sind ein ganz wichtiges metrologisches Element der internationalen Qualitätssicherung. Nationale Primärnormale sind nämlich in der Regel gänzlich unabhängig voneinander, so dass Fehler bei der Darstellung einer SI- oder abgeleiteten Einheit nur dann sichtbar werden können, wenn sie miteinander verglichen werden.

Wer sich für mehr Details des internationalen Einheitenystems interessiert, sei auf die Webseite www.bipm.org des internationalen Büros für Maße und Gewichte, BIPM, verwiesen. Es soll aber noch erwähnt werden, dass im Jahre 2018 eine große Reform des SI bevorsteht, die alle sieben Basiseinheiten auf Naturkonstanten zurückführt.

2 Primärnormale für Vakuum: Überblick

Primärnormale für Vakuum haben nach dem oben Gesagten also die Aufgabe, die physikalische Einheit, mit der das Vakuum gemessen wird, auf die anderen Einheiten des SI zurückzuführen. Wie im ► Kap. 3, „[Gasgesetze und kinetische Gastheorie](#)“ beschrieben, ist dies zurzeit die Einheit des Drucks. Denkbar wäre jedoch auch durchaus, das Vakuum in der Einheit der Gasdichte eines idealen Gases anzugeben, etwa mol/m³. Dies hätte zum Beispiel den Vorteil, dass die so gemessene Vakuumgröße unabhängig von der Temperatur wird. Da die Größe des Drucks oberhalb des Atmosphärendrucks jedoch für praktische Anwendungen besser geeignet ist und der Übergang zwischen Druck und Vakuum fließend ist, wird zurzeit die Skala des Drucks bis in den tiefsten Vakumbereich hinein verlängert. Am Ende dieses Kapitel wird eine Entwicklung beschrieben, die diese Art der Darstellung des Drucks in Zukunft durchaus ändern könnte.

Tab. 1 gibt einen Überblick über die verwendeten Primärnormale für das Vakuum. Sie werden in den folgenden Abschnitten beschrieben. In der dritten Spalte der Tabelle sind die Vakuummessgeräte ausgeführt, die als Sekundärnormale wegen ihrer Genauigkeit und Langzeitstabilität verwendet werden. Als Sekundärnormal wird ein Messgerät bezeichnet, wenn es an einem Primärnormal kalibriert wurde und als Bezugsnormale für andere Messgeräte dienen kann. Sie wurden in ► Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“, ► Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“ und ► Kap. 26, „Partialdruckmessung“ beschrieben.

Drücke um den atmosphärischen Luftdruck bis herunter zu etwa 10 Pa können direkt gemäß der Definitionsgleichung 1 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ als Kraft pro Fläche gemessen werden. Dies geschieht bei den ersten vier Typen von Primärnormalen (Tab. 1), vom Quecksilbermanometer bis zur Druckwaage.

Bei kleineren Drücken verfolgen die Primärnormale des statischen und kontinuierlichen Expansionsverfahrens die gleiche Idee: Gas wird unter einem hohem genau zu messenden Druck eingeschlossen und anschließend mit in ihrer Theorie gut ausgearbeiteten physikalischen Methoden auf einen wesentlich niedrigeren, berechenbaren Druck expandiert. Erfolgt die Expansion des Gases von einem geschlossenen Behälter in einen anderen, so wird vom statischen Expansionsverfahren gesprochen: Während der Expansion sind die Vakuumpumpen von den Behältnissen isoliert. Erfolgt die Expansion des Gases in einer stationären Strömung, indem es durch Blenden verschiedener Größen in eine Vakuumpumpe gepumpt wird, so spricht man von der kontinuierlichen Expansion. Bei dieser Expansionsart sind die Vakuumpumpen ein wesentlicher Bestandteil des Verfahrens. Das statische Expansionsverfahren wird im Hoch- und Feinvakuum eingesetzt, das kontinuierliche Expansionsverfahren im Hoch- und Ultrahochvakuum.

Abb. 1 zeigt eine Weltkarte, in der die Orte der Metrologieinstitute als Punkte eingetragen sind, an denen sich Primärnormale oder hochwertige Sekundärnormale befinden, welche international durch das obige Abkommen (MRA) anerkannt sind. In Deutschland ist dies Berlin, wo sich das Laboratorium für Vakuummetrologie der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) befindet.

Wie in Abschn. 1 erwähnt, müssen auch die Primärnormale für Vakuum im Rahmen des internationalen Abkommens MRA regelmäßig mittels Schlüsselvergleichen überprüft werden. Tab. 2 listet solche Vergleiche auf, die in den letzten 20 Jahren durchgeführt wurden. Zusätzlich zu den Vergleichen für nationale

Tab. 1 Verwendete Primär- und Sekundärnormale für Drücke im Vakumbereich. Zwischen den Primär- und Sekundärnormalen besteht keine strenge Zuordnung

Druck	Primärnormale	Sekundärnormale
10^5 Pa	Quecksilbermanometer	Quarz-Bourdonmanometer
\downarrow	Drehkolbenmanometer	Resonanzvakuummeter
10^{-10} Pa	Ölmanometer	Kapazitätsvakuummeter
	Druckwaagen	Gasreibungsvakuummeter
	Statische Expansionssysteme	Ionisationsvakuummeter
	Kontinuierliche Expansionssysteme	Extraktor
		Massenspektrometer

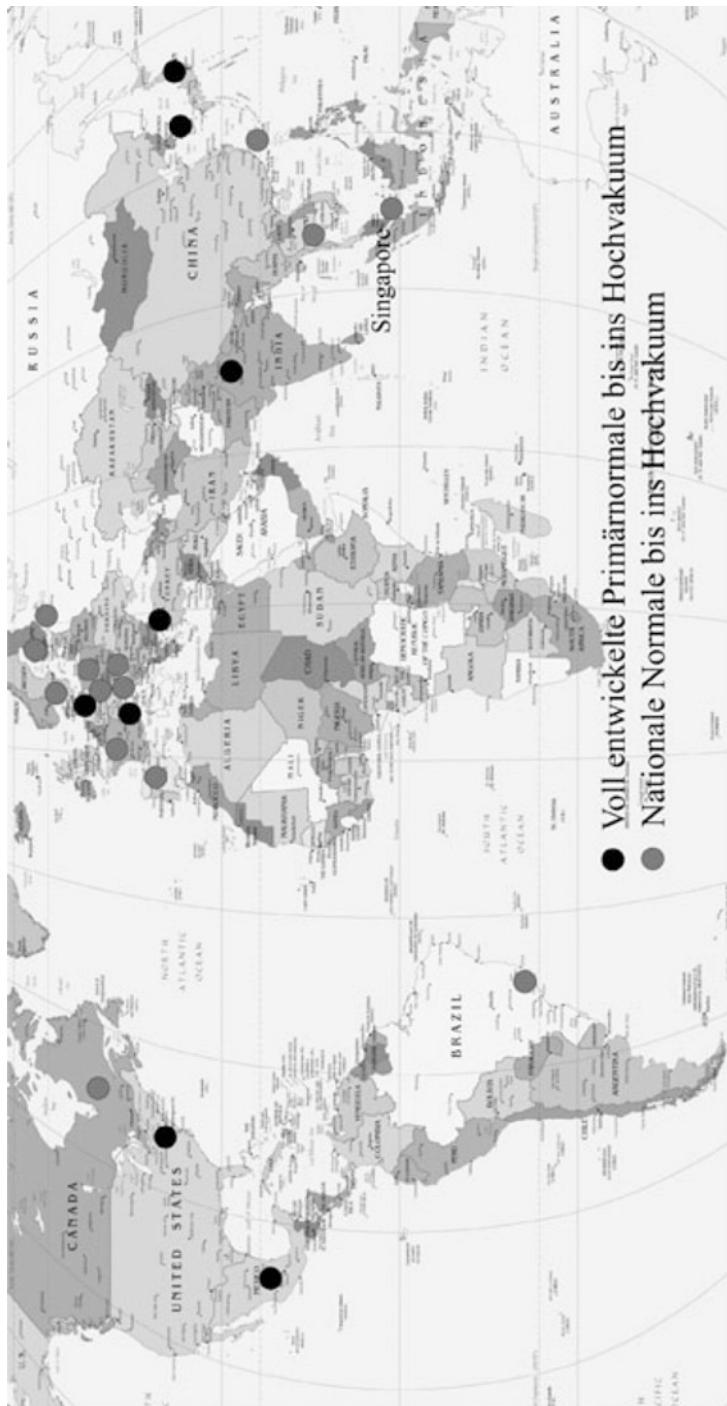


Abb. 1 Nationale oder staatlich beauftragte Metrologieinstitute, in denen sich Primär- (schwarze Kreise) oder Sekundärnormale (graue Kreise) oder Sekundärnormale (graue Kreise) für das Vakuum bis ins Hochvakuum befinden und welche einen anerkannten Eintrag in der internationalen Datenbank des BIPM (www.bipm.org) dafür haben

Tab. 2 Veröffentlichte, internationale Vergleiche von nationalen Normalen für Vakuumdrücke und Leckraten. Die Teilnahme an einem Vergleich bedeutet nicht, dass Äquivalenz des Normals gezeigt wurde. Dazu müssen die Veröffentlichungen herangezogen werden. Die Laboratorien vertraten folgende Länder: CENAM – Mexiko; CEM – Spanien; CMI – Tschechien; CSIRO-NML – Australien; IMGC und INRIM – Italien; IMT – Slowenien; KRISS – Südkorea; LNE – Frankreich; MIKES – Finnland; NIM – China; NIST – USA; NMC-AStar – Singapur; NMi – Niederlande; NMJJ – Japan; NPL – Großbritannien; NPL/I – Indien; OMH – Ungarn; PTB – Deutschland; SP – Schweden; UME – Türkei; VNIIM – Russland

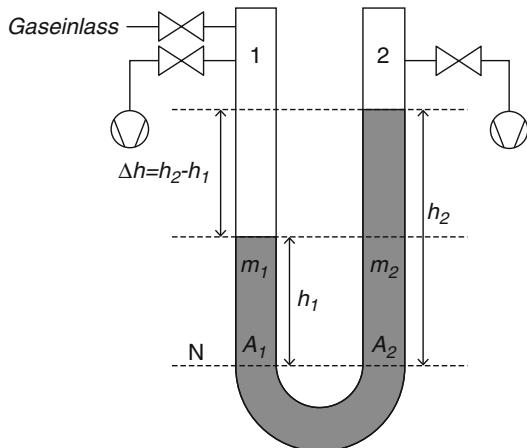
Jahr der Veröffentlichung	Messgröße und Bereich	Teilnehmende Laboratorien	Veröffentlicht in
1997	$3 \cdot 10^{-7}$ Pa bis $9 \cdot 10^{-4}$ Pa	NIST, NPL, PTB	[2]
2002	1 Pa bis 10^3 Pa	CSIRO-NML, IMGC, KRISS, NIST, NPL, NPL/I, PTB	[3]
2005	$3 \cdot 10^{-4}$ Pa bis $9 \cdot 10^{-2}$ Pa	CENAM, PTB	[4]
2005	$3 \cdot 10^{-4}$ Pa bis $9 \cdot 10^{-2}$ Pa	CEM, IMGC, IMT, LNE, NPL, PTB, UME	[5]
2005	1 Pa bis 10^3 Pa	CEM, IMGC, LNE, MIKES, NMi, NPL, OMH, PTB, SP, UME	[6]
2007	$0,3$ Pa bis $7 \cdot 10^3$ Pa	CMI, PTB	[7]
2010	$3 \cdot 10^{-6}$ Pa bis $9 \cdot 10^{-4}$ Pa	KRISS, NIST, NPL, NPL/I, PTB	[8]
2011	$3 \cdot 10^{-6}$ Pa bis $9 \cdot 10^{-4}$ Pa	KRISS, NMJJ	[9]
2013	$4 \cdot 10^{-11}$ mol/s und $8 \cdot 10^{-14}$ mol/s	CMI, INRIM, LNE, IMT, NIM, NIST, NMC-AStar, NMJJ, PTB, VNIIM	[10]
2014	1 Pa bis 15 kPa	CMI, INRIM, LNE, MIKES, PTB	[11]
2014	$3 \cdot 10^{-6}$ Pa bis $9 \cdot 10^{-4}$ Pa	NIST, PTB	[12]
2015	$3 \cdot 10^{-11}$ mol/s	CMI, IMT	[13]
2015	$3 \cdot 10^{-9}$ Pa bis $9 \cdot 10^{-4}$ Pa	NMJJ, PTB	[14]
2017	1 Pa bis 10 kPa	CENAM, CMI, NIST, NMJJ, PTB, VNIIM	[15]
2017	$1 \cdot 10^{-4}$ Pa bis 1 Pa	CENAM, INRIM, KRISS, METAS, NIST, NMJJ, PTB	[16]

Normale für Vakuumdrücke, kam im Jahre 2014 ein Vergleich von nationalen Normalen für kleine Gasflüsse, mit denen Standardlecks kalibriert werden, hinzu.

3 Flüssigkeitsmanometer

Flüssigkeitsmanometer sind zugleich die ältesten als auch bis dato die genauesten Vakummessgeräte: Torricelli wies im Jahr 1644 mit einer Quecksilberröhre (► Abb. 2 in Kap. 1, „Geschichte der Vakuumtechnik“) zum ersten Mal die Existenz

Abb. 2 Schema des U-Rohrmanometers: Ist der Raum 2 über der Quecksilberoberfläche wie im Bild gezeichnet geschlossen und evakuiert, spricht man vom geschlossenen Typ, ist er zur Atmosphäre offen, vom offenen Typ



des Vakuums nach (► Kap. 1, „Geschichte der Vakuumtechnik“). Die Torricelli'sche Röhre war bis etwa 1873 (► Abb. 9 in Kap. 1, „Geschichte der Vakuumtechnik“) auch das einzige Vakuummessgerät, weswegen Drücke im Vakuum lange in „mm Quecksilbersäule“ angegeben wurden.

Die Genauigkeit der Flüssigkeitsmanometer röhrt einerseits von der Verwendung von Quecksilber als „Absperrflüssigkeit“ und andererseits von der Genauigkeit der neuen Methoden der Längenmessung her. Quecksilber bietet wegen der Stabilität seiner Dichte und wegen der Genauigkeit, mit der seine Dichte bekannt ist, beste Voraussetzungen für eine genaue Druckmessung. Mit modernen Methoden der Laserinterferometrie oder der Abstandsmessung durch Ultraschall lassen sich Quecksilberhöhen noch mit einer Auflösung von etwa 10 nm messen, so dass Drücke von 100 kPa (100 Pa) mit einer relativen Unsicherheit von $3 \cdot 10^{-6}$ ($3 \cdot 10^{-5}$) bestimmt werden können.

Die Torricelli'sche Röhre gehört zu den sogenannten offenen Flüssigkeitsmanometern. Dabei ist eine Seite eines U-förmigen Rohres zur Atmosphäre offen. Dies hat den Nachteil, dass die Höhe der Flüssigkeitssäule im nicht offenen Schenkel vom äußeren Luftdruck abhängt und dessen Schwankungen unterworfen ist.

Beim geschlossenen U-Rohrmanometer ist eine Seite des U-Rohrschenkels evakuiert. Je nach Dampfdruck der verwendeten Flüssigkeit wird sich ein bestimmter Druck einstellen, der gemessen und als Korrektur berücksichtigt werden muss.

Abb. 2 zeigt das Schema eines Flüssigkeitsmanometers. Die unterschiedlichen Drücke in den Räumen 1 und 2 über der Absperrflüssigkeit müssen durch unterschiedliche Höhen der Flüssigkeitssäulen in den beiden Schenkeln ausgeglichen werden. Gleichgewicht herrscht dann, wenn der Druck auf irgendeinem unterhalb beider Flüssigkeitsspiegel liegenden Niveau N gleich ist:

$$p_1 + \frac{m_1 g}{A_1} = p_2 + \frac{m_2 g}{A_2} \quad (1)$$

Dabei sind $m_{1,2}$ die über N liegenden Massen der Flüssigkeitssäulen und $A_{1,2}$ die Querschnittsflächen der Schenkel auf dem horizontalen Niveau N. Ist ρ die Dichte der Flüssigkeit und g die Schwerebeschleunigung gilt weiter:

$$p_1 + \frac{\rho A_1 h_1 g}{A_1} = p_2 + \frac{\rho A_2 h_2 g}{A_2} \quad (2)$$

Der Differenzdruck $p_1 - p_2$ zwischen den beiden Räumen ist somit

$$p_1 - p_2 = \rho g (h_2 - h_1) = \rho g \Delta h \quad (3)$$

Die Anwendung dieser Gleichung ist sinnvoll, wenn eine Druckdifferenz $p_1 - p_2$ gemessen werden soll, entweder gegenüber einem festen und definierten Druck p_2 (differential mode) oder gegenüber dem Luftdruck $p_2 = p_{\text{atm}}$ (gauge mode).

$$p_1 = \rho g \Delta h + p_2 \quad (4)$$

Verwendet man Quecksilber mit der Dichte $\rho = 13\ 545,84\ \text{kg/m}^3$ (Tab. 3) als Sperrflüssigkeit, so ergibt sich mit $g = 9,81253\ \text{m/s}^2$ (für diesen Ort der Aufstellung in Braunschweig) bei $\Delta h = 762,307\ \text{mm}$ der Normdruck $p_0 = p_1 - p_2 = 101\ 325\ \text{Pa}$.

Wichtige Voraussetzung für eine genaue Druckmessung ist das Unterdrücken der Kapillardepression: Durch Adhäsionseffekte am Rand wird die Höhe der Quecksilbersäule verfälscht. Dieser Effekt ist umgekehrt zum Durchmesser der Flüssigkeitssäule. Bei U-Rohrmanometern als Primärnormale muss der Durchmesser deswegen mindestens 14 mm betragen.

Die Höhendifferenzmessung Δh kann mit modernen Messmethoden so genau ausgeführt werden, dass die Unsicherheit des Wertes der Quecksilberdichte durch die Unsicherheit der Temperaturbestimmung die begrenzende Unsicherheit darstellt. Die Quecksilberoberfläche selbst kann nicht als optisch reflektierende Fläche verwendet werden, weil Vibratoren auf der Oberfläche die Auflösung begrenzen würden [19]. Abb. 3 zeigt, wie die Höhenmessung durchgeführt werden kann. Die Flüssigkeitshöhe wird zunächst mit einem Kondensator, dessen eine Elektrode eine Metallplatte und dessen andere Elektrode die Quecksilberoberfläche ist, durch eine Kapazitätsmessung festgelegt. Anschließend wird die Höhendifferenz Δh zu den beweglichen Kondensatorelektroden durch optisch-interferometrische Messung bestimmt [20, 21].

Anstatt kapazitiver Ankopplung können auch „Schwimmer“ (Float) auf der Quecksilberoberfläche zur optisch-interferometrischen Höhenmessung verwendet werden. Sie reflektieren den von oben kommenden Laserstrahl. Nachteil der

Tab. 3 Die Quecksilberdichte $\rho(t, p_0)$ beim Normdruck $p_0 = 101,325\ \text{kPa}$ nach [17, 18] in Abhängigkeit von der Temperatur t . Die Standardunsicherheit beträgt bei $20\ ^\circ\text{C}$: $0,0068\ \text{kg/m}^3$

t in $^\circ\text{C}$	17	20	23	26
$\rho(t, p_0)$ in kg/m^3	13 553,207	13 545,840	13 538,480	13 531,125

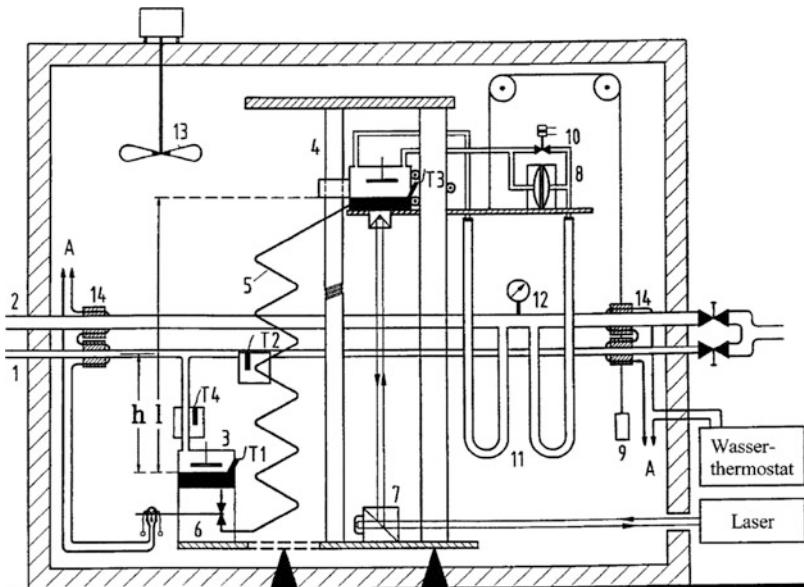


Abb. 3 Schematische Darstellung eines hochwertigen Quecksilbermanometers der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt in Braunschweig: 1 Gaseinlass; 2 Vakuumrohr; 3 feste Zisterne; 4 bewegliche Zisterne mit Spindel und Unterstützungssäule; T1 bis T4 Temperaturmessstellen; 5 flexibles Rohr mit Quecksilberinhalt, welches die zwei Manometerzisternen 3, 4 verbindet; 6 Quecksilberventil; 7 Strahlteiler für Interferometer; 8 Kapazitätsvakuummeter; 9 Gegengewicht; 10 Kurzschlussventil; 11 flexible Metallschläuche; 12 Penning-Vakuummeter; 13 Ventilator; 14 Körper (thermostatisiert) zur Temperaturstabilisierung

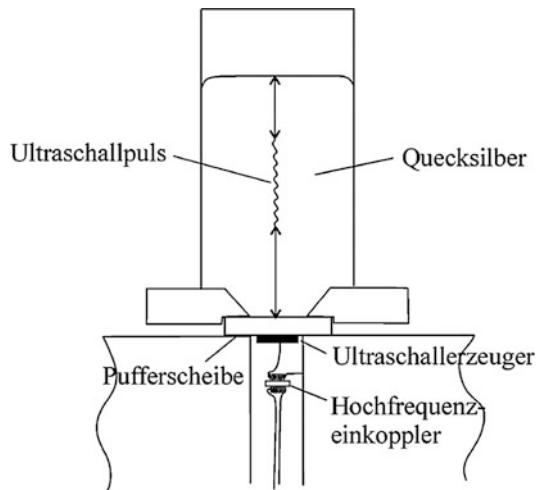
Verwendung von Schwimmern ist die leichte Reibung derselben an der Rohrwand, die die Auflösung begrenzt. Die Verwendung eines Schwimmers oder eines Kondensators zur Festlegung der Quecksilberhöhe wird vermieden, wenn die Quecksilberhöhe durch einen Ultraschallpuls gemessen wird (Abb. 4). Dabei wird am Boden der Schenkel über einen Piezokristall eine Schallwelle in das Quecksilber eingekoppelt und deren Laufzeit phasensensitiv gemessen [22]. Statt zwei Schenkeln kann ein Quecksilbermanometer auch aus drei Schenkeln, die in einer Fluchtlinie liegen, bestehen. Dabei wird das mittlere Rohr evakuert und die beiden äußeren Schenkel mit demselben Druck beaufschlagt. Eine kleine gemeinsame Neigung der Schenkel gegen die Vertikale kann so eliminiert werden, indem der Mittelwert der Höhendifferenzen der beiden äußeren Schenkel zum mittleren verwendet wird.

4 Kompressionsmanometer nach McLeod

Um den Messbereich des Flüssigkeitsmanometers zu kleineren Drücken auszuweiten, erfand McLeod im Jahr 1873 das sogenannte Kompressionsmanometer. Dabei komprimiert man das zu messende Gas, bevor dessen Druck gemessen wird. Ist das

Abb. 4

Ultraschalleinkopplung in eine Quecksilbersäule eines U-Rohrmanometers. Der Ultraschallpuls wird über eine Laufzeitmessung zur Höhenbestimmung genutzt. Die Pufferscheibe verhindert die Übertragung des Ultraschallpulses in die tragende Struktur. Nach [23]



Kompressionsverhältnis bekannt, kann man den Druck vor der Kompression aus dem gemessenen Wert nach der Kompression berechnen.

Bis in die 1960er-Jahre hinein war das McLeod das einzige Primärnormal für den Fein- und Hochvakumbereich. Sein Messbereich ging herunter bis etwa 10^{-4} Pa. Bis in die 1930er-Jahre war es sogar das einzige Vakuummeter in diesem Bereich. Heute wird es dagegen nur noch an wenigen Stellen benutzt. Aufgrund seiner überragenden Bedeutung in der Vergangenheit und des interessanten Messprinzips soll hier dennoch kurz das Prinzip erläutert werden.

Abb. 5 zeigt das Schema eines McLeod-Vakuummeters. Der Anschluss zum Rezipienten, in dem der Druck p gemessen werden soll, befindet sich oben. Von unten lässt sich Quecksilber aus einem Vorratsgefäß, z. B. durch den äußeren Luftdruck hochdrücken. Zunächst befindet sich das Quecksilber deutlich unter dem Niveau A-A. Man stellt sicher, dass sich der zu messende Druck p gleichmäßig im ganzen McLeod, insbesondere im Kompressionsvolumen V und den Kapillaren K_1 und K_2 einstellt. Nun wird das Quecksilber eingelassen. Sobald dessen Spiegel das Niveau A-A erreicht hat, wird das Kompressionsvolumen V , bestehend aus S_1 , V_1 und K_1 vom Rezipienten abgetrennt. Steigt das Quecksilber weiter, erhöht sich der Druck des zu messenden Gases im Kompressionsvolumen. Man lässt das Quecksilber solange steigen, bis es in der Vergleichskapillare K_2 die Nulllinie 0-0 erreicht hat. Die Mess- und Vergleichskapillaren K_1 und K_2 müssen den gleichen Querschnitt besitzen, damit die Kapillardepression (Abschn. 3) die gleiche ist. Wegen des durch die Kompression erhöhten Drucks ist der Quecksilberspiegel in K_1 um die Höhe h niedriger. Je höher der Ausgangsdruck p , desto niedriger ist sein Spiegel und desto größer ist das von 0-0 gemessene h . Die in der Kapillare K_1 eingeschlossene Gasmenge nimmt das Volumen $V' = A_K h$ mit dem Druck $p' = \rho gh + p$ ein. Die Anwendung des Boyle-Mariottischen Gesetzes (Gl. 16 in ▶ Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) besagt, dass pV unmittelbar vor der Kompression (das Quecksilber befindet sich auf dem Niveau A-A) gleich $p' V'$ ist:

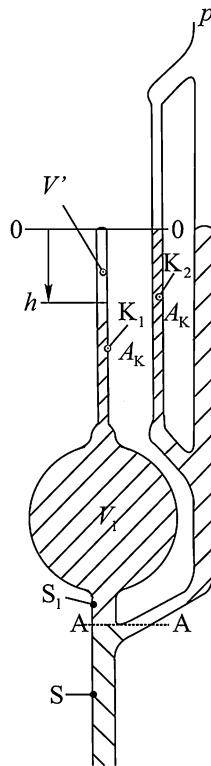


Abb. 5 Kompressionsvakuummeter nach McLeod: V' Kompressionsvolumen, bestehend aus den Volumina der Kugel V_1 , der Kapillare K_1 und des Halses S_1 . Kapillare K_1 und K_2 haben den gleichen Querschnitt A_K . S Steigrohr; $A-A$ Trennniveau; $0-0$ Nullmark

$$pV = p'V' = (\rho gh + p)hA_K \quad (5)$$

Daraus ergibt sich für den zu bestimmenden Druck p

$$p = \frac{\rho g A_K}{V - hA_K} \cdot h^2 \quad (6)$$

Ist $hA_K \ll V$, erhält man eine quadratische Abhängigkeit von p mit h :

$$p = \frac{\rho g A_K}{V} \cdot h^2 \quad (7)$$

Auch lineare Skalen sind beim McLeod möglich. Dazu wird das Quecksilber immer nur bis zu einer festen Höhe in der Kapillare K_1 gehoben, so dass ein festes Kompressionsverhältnis besteht. Die Höhendifferenz der Quecksilberspiegel in K_1 und K_2 ist dann proportional zu p . Diese Methode hat aber den Nachteil, dass nur etwa

2 Druckdekaden überstrichen werden können, während es bei der quadratischen Skala etwa 4 Druckdekaden sind.

Gl. 7 verliert ihre Gültigkeit, wenn das Gas oder ein Teil davon (Wasserdampf) kondensiert. Viele Effekte, insbesondere der Gaede-Ischii-Effekt [24–26] machen den Betrieb des McLeod schwierig: Um eine Verunreinigung des Rezipienten mit Quecksilber zu verhindern, muss eine LN_2 -Kühlfalle dazwischen geschaltet werden. Diese hat aber wiederum einen kontinuierlichen Quecksilberstrom in die Kühlfaile zur Folge und dieser Strom wirkt wie eine Diffusionspumpe, so dass eine Druckverfälschung je nach Gasart von bis zu 50 % möglich ist.

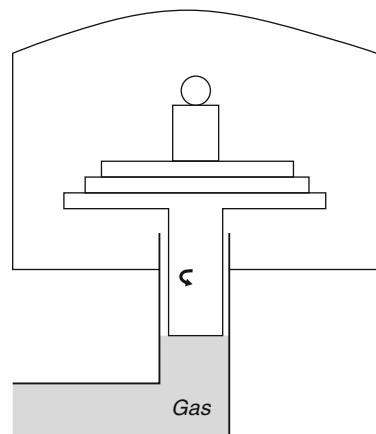
Aufgrund des nicht kontinuierlichen Messens des McLeod mit den vielen Arbeitsstufen bis zum Erhalten des Messwerts ist das McLeod, wie bereits erwähnt, als Messgerät fast völlig verschwunden. Als Primärnormal ist es wegen seiner Gefährlichkeit (Glasapparatur, große Menge Quecksilber) durch das statische Expansionsverfahren abgelöst worden.

5 Drehkolbenmanometer und Druckwaagen

Auch mit Drehkolbenmanometern oder „Druckwaagen“ lassen sich seit den 1990er-Jahren Druckmessungen mit Unsicherheiten von einigen 10^{-6} erzielen. Das Prinzip von gasbetriebenen Drehkolbenmanometern zeigt Abb. 6. Ein Kolben rotiert in einem eng gefertigten Zylinder. Der Druck unterhalb des Kolbens ist gegeben durch das Verhältnis der nach unten gerichteten Kraft und der effektiven Fläche des Kolbens, wenn er auf Arbeitshöhe schwiebt.

Wie viele Primärnormale für Vakuum ist das Drehkolbenmanometer kein Druckmessgerät, sondern ein Druckgenerator. Es erzeugt eine Druckdifferenz zwischen den Räumen oberhalb und unterhalb des Kolbens. Evakuiert man den Raum oberhalb des Kolbens, so erzeugt es absolute Drücke unterhalb, typischerweise zwischen 2 kPa und 300 kPa.

Abb. 6 Funktionsprinzip des Drehkolbenmanometers. Die durch den Gasdruck verursachte Kraft auf die Kolbenfläche ist gleich der Gewichtskraft des rotierenden Kolbens mit aufliegenden Gewichten. Der Abstand zwischen Kolben und Zylinder ist stark vergrößert gezeichnet und beträgt in der Realität nur etwa einige Zehntel μm



Der Spalt zwischen Kolben und Zylinder beträgt nur wenige Zehntel μm bei Querschnitten von 10 cm^2 . Damit werden an die Fertigungstoleranzen des Kolben-Zylindersystems allerhöchste Anforderungen gestellt und nur wenige Materialien wie Wolframkarbid oder Keramik sind geeignet, diesen Anforderungen gerecht zu werden.

Die nach unten gerichtete Kraft soll ausschließlich durch die Gewichtskraft des Kolbens und eventuell weiterer aufliegender Gewichte bestimmt sein. Reibungskräfte sollen durch die Drehbewegung minimiert werden, ebenso dürfen keine magnetischen oder elektrostatischen Kräfte wirken. Die effektive Fläche wird entweder durch sorgfältige Längenmessungen bestimmt oder bei bekannter Gewichtskraft durch Messung des mit dem Drehkolbenmanometer erzeugten Drucks mit einem Quecksilbermanometer. Letzteres Verfahren ist einfacher, weil Unrundheiten des Kolbens, Neigung der Kolbenachse gegen die Zylinderachse, Reibungseffekte und ähnliches in den effektiven Querschnitt „hineinkalibriert“ werden. Auch die Abhängigkeit des effektiven Querschnitts von der Gasart [27, 28], vom Druck und der Arbeitshöhe können auf diese Weise bestimmt werden. Es ist jedoch Mitte der 1990er-Jahre gelungen, diese Effekte in den Berechnungen zu berücksichtigen und die Fertigung und die Dimensionsmessungen der Kolben-Zylindersysteme so genau durchzuführen, dass Drehkolbenmanometer jetzt den metrologischen Eigenschaften von Quecksilbermanometern nicht mehr nachstehen.

Vernachlässigt man den Auftrieb des Kolbens im Vakuum, so ist der vom Drehkolbenmanometer erzeugte Druck gegeben durch

$$p = \frac{\sum m_i g}{A_{\text{eff}} [1 + (\alpha_{\text{Zyl}} + \alpha_{\text{Kolb}})(T - T_0)]} + p_{\text{rest}} \quad (8)$$

wobei m_i die Massenstücke, die zur Gewichtskraft beitragen, g die am Ort herrschende Schwerkraft, A_{eff} die effektive Querschnittsfläche des Kolbens, α_{Zyl} und α_{Kolb} die Wärmeausdehnungskoeffizienten von Zylinder bzw. Kolben, T die herrschende Temperatur und T_0 die Temperatur ist, bei der A_0 bestimmt wurde. p_{rest} bezeichnet den Restdruck in der Glasglocke über dem Kolben.

Beispiel 1

Wie lässt sich in erster Näherung die effektive Querschnittsfläche eines idealen Kolben-Zylindersystems berechnen (Kolbenradius r_K , Zylinderradius r_Z)? Die auf den Kolben wirkende, aufwärts gerichtete Kraft besteht aus zwei Komponenten: Die Kraft, hervorgerufen durch die Druckdifferenz $\pi r_k^2(p - p_{\text{rest}})$ und die Reibungskraft F , die auf die Oberfläche des Kolbens durch unter dem Einfluss der Druckdifferenz hochströmende Gasmoleküle ausgeübt wird. Beide Kräfte halten der Gewichtskraft G das Gleichgewicht:

$$G = \pi r_k^2(p - p_{\text{rest}}) + F$$

Bei viskoser Strömung wird näherungsweise mittig (nicht genau mittig wegen der Zylindergeometrie) zwischen Kolben- und Zylinderradius maximale Fließgeschwindigkeit herrschen und dort wird die Reibungskraft zwischen benachbarten Schichten Null sein. Diese zylindrische Mantelfläche werde durch ihren Radius r_{eff} charakterisiert.

Für den Zylinderring zwischen r_K und r_{eff} gilt, dass die Gewichtskraft G_{gas} des Gases durch das Gas selbst und die Reibung F des Gases auf den Kolben gleich der aufwärts gerichteten Kraft des Gases sein muss:

$$G_{\text{gas}} + F = \pi(r_{\text{eff}}^2 - r_K^2)(p - p_{\text{rest}})$$

Addition beider Gleichungen liefert

$$G + G_{\text{gas}} = \pi r_{\text{eff}}^2 (p - p_{\text{rest}})$$

Das bedeutet, dass die effektive Fläche des Kolbens durch einen virtuellen Kolben mit der Größe r_{eff} , die näherungsweise in der Mitte zwischen r_Z und r_K liegt, beschrieben werden kann. Bei gasbetriebenen Kolbenmanometern ist G_{gas} gegen G zu vernachlässigen (Fehler $\ll 10^{-6}$).

Die Unsicherheiten von p (95 % Vertrauensintervall) betragen typischerweise (kleinere Unsicherheiten sind möglich)

$$\Delta p = 1 \text{ Pa} + 3 \cdot 10^{-5} p \quad (9)$$

Drehkolbenmanometer können zur Kalibrierung von Vakuummessgeräten im Druckbereich von 2 kPa bis 100 kPa verwendet werden oder um präzise Anfangsdrücke für das statische Expansionsverfahren zu erzeugen.

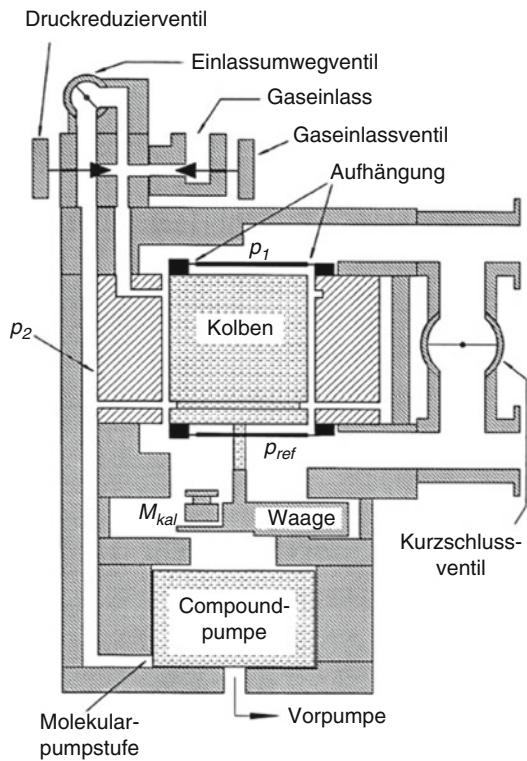
Ende der 1990er-Jahre sind sogenannte Druckwaagen auf den Markt gekommen, die sogar Drücke bis 1 mPa auflösen können. Abb. 7 zeigt ein Schema. Auch hier definiert ein Kolben-Zylindersystem die effektive Fläche A_{eff} . Im Unterschied zu einem Drehkolbenmanometer wird die durch den von oben wirkenden Gasdruck ausgeübte Kraft jedoch nicht über Massenstücke gemessen, sondern mittels einer Waage (Kraftmesser). Die Kraft wird über eine Stange auf die Waage übertragen. Weil der Kolben bei dieser Auslegung nicht drehen kann, muss der Abstand zum Zylinder größer sein als beim Drehkolbenmanometer, um Haftreibungskräfte auszuschließen. Der Messbereich dieses Geräts liegt zwischen 1 Pa und 7 kPa [29], später wurde er bis 11 kPa ausgeweitet.

Bei einer anderen Druckwaage (FPG, Force balanced Piston Gauge, der Firma DHI) wird die vom Druck ausgeübte Kraft ebenfalls durch eine Waage gemessen, der Kolben zentriert sich jedoch im Gegensatz zum obigen Design durch die von einem „schmierenden“ Gasfluss ausgeübten Kräfte selbst. Das Funktionsprinzip beruht auf einer Idee von Ooiwa [30, 31]. Ein Nachteil gegenüber dem Funktionsprinzip der ersten Druckwaage ist der relativ große Gasfluss, der keinen Referenzdruck im Hochvakumbereich erlaubt, weswegen dieser Typ nur eingeschränkt als Absolutdruckmessgerät verwendbar ist.

6 Statisches Expansionsverfahren

Im statischen Expansionsverfahren wird das Modell für das Boyle-Mariottesche Gesetz (Gl. 16 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) angewendet: Das Produkt aus Druck und Volumen ist bei konstanter Temperatur für eine eingeschlossene

Abb. 7 Schema der Furness-Rosenberg-Druckwaage. Der von oben wirkende Gasdruck übt eine Kraft auf den Kolben aus, die mittels einer unter dem Kolben, im Vakuum befindlichen Waage gemessen wird. Mit freundlicher Genehmigung der Furness Controls



Gasmenge konstant. Das heißt, schließt man Gas unter relativ hohen Druck in einem kleinen Volumen ein und expandiert es anschließend in ein wesentlich größeres, vorher evakuiertes Volumen, so wird sich der Druck entsprechend dem Volumenverhältnis verringern (Abb. 8).

Der Druck vor der Expansion sollte dabei nicht so hoch sein, dass die Näherung des idealen Gases verletzt wird. Dies ist bei Edelgasen und Stickstoff in der Regel bis etwa 300 kPa der Fall. Im allgemeinen Fall ist es nicht möglich, exakt gleiche Temperaturbedingungen bei den zwei Volumina und der Verbindungsleitung zwischen ihnen zu schaffen, so dass man anstatt des Boyle-Mariotteschen Gesetzes (Gl. 16 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) das ideale Gasgesetz (Gl. 17 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) anwendet. Bezeichnen p_1 , V_1 und T_1 Druck, Volumen und Temperatur vor der Expansion, p_2 den Druck danach und V_2 das Volumen, in das hinein expandiert wird (einschließlich der Verbindungsleitungen), so gilt

$$\frac{p_1 V_1}{T_1} = \frac{p_2 (V_1 + V_2)}{T_2} \quad (10)$$

wobei genähert wird, dass das Gas nach der Expansion die Temperatur T_2 des wesentlich größeren Volumens annimmt. Der Druck nach der Expansion beträgt somit

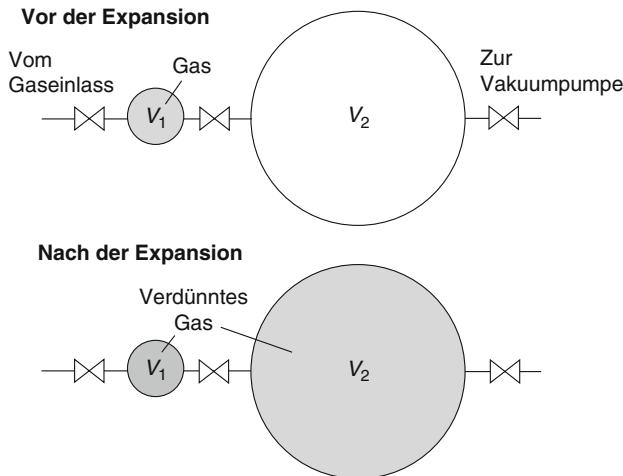


Abb. 8 Das statische Expansionsverfahren. Durch Expandieren einer in einem kleinen Volumen eingeschlossenen Gasmenge in ein evakuiertes großes Volumen wird der Anfangsdruck entsprechend dem Volumenverhältnis verkleinert

$$p_2 = p_1 \frac{V_1}{V_1 + V_2} \frac{T_2}{T_1} \quad (11)$$

Das sogenannte Expansionsverhältnis $V_1/(V_1 + V_2)$ ist die entscheidende Kenngröße eines Expansionssystems und muss mit größtmöglicher Genauigkeit bestimmt werden. Das Verfahren der statischen Expansion wurde zuerst von Knudsen 1910 [32] angewendet.

Beispiel 2

Wie lautet die Expansionsgleichung Gl. 11 für ein reales Gas? Die Näherungsgleichung für das reale Gas lautet (Gl. 7 in ► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“)

$$pV_{\text{mol}} = RT(1 + B'' \cdot p)$$

wobei B'' den zweiten Virialkoeffizienten bezeichnet. Da der Druck nach der Expansion wesentlich kleiner ist als vor der Expansion, so dass der Term $B'' p$ klein wird, genügt es, die Korrektur allein für das Gas vor der Expansion vorzunehmen. Somit gilt

$$p_2 = p_1 \frac{V_1}{V_1 + V_2} \cdot \frac{T_2}{T_1} \cdot \frac{1}{1 + B'' p_1}$$

Der Druck p_1 , der von 1 kPa bis 300 kPa variieren kann, wird zur Erreichung höchstmöglicher Genauigkeit entweder mit einem Drehkolbenmanometer eingestellt

oder z. B. mit einer Quarz-Bourdon-Spirale (► Abschn. 2.4.1 in Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“) gemessen. Ein Teil des auf den Druck p_2 expandierten Gases kann wiederum als Ausgangspunkt für eine weitere Expansion dienen. Mit solchen mehrfach hintereinander ausgeführten Expansionen können Drücke bis herunter zu etwa 10^{-6} Pa dargestellt werden. Ein fünfstufiges Expansionssystem, welches allerdings nicht mehr verwendet wird, ist in Abb. 9 dargestellt.

Es ist jedoch auch möglich, die gleiche Expansion wiederholt auszuführen. Dazu muss nach der ersten Expansion das Ventil zum großen Volumen geschlossen werden und danach das Volumen evakuiert werden.

Diese Möglichkeit muss für Drücke unterhalb von 10^{-2} Pa bei dem in Abb. 10 dargestellten, zweistufigen statischen Expansionssystem der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) ausgenutzt werden.

Es ist ratsam, die Expansionsverhältnisse eines statischen Expansionssystems so zu bemessen, dass es eine Überschneidung der erzeugten Drücke über verschiedene Expansionswege gibt: Ein gewisser Druckbereich sollte bei einem gegebenen Expansionsverhältnis sowohl mit einem niedrigen Vordruck p_1 erzeugt werden können als auch mit einem hohen Vordruck und dem nächst niedrigeren Expansionsverhältnis.

Auf diese Weise kann überprüft werden, ob die verschiedenen Expansionsverhältnisse in sich konsistent sind. Auch eine Überschneidung des höchsten Expansionsverhältnisses mit einer direkten Druckmessung durch das Messgerät für den Anfangsdruck sollte gegeben sein.

Wenn Prüflinge an den Kessel, in dem der Kalibrierdruck dargestellt wird, angeflanscht werden, ändert sich dessen Volumen und somit auch das zugehörige Expansionsverhältnis. Das durch den Prüfling hinzukommende Volumen muss mit

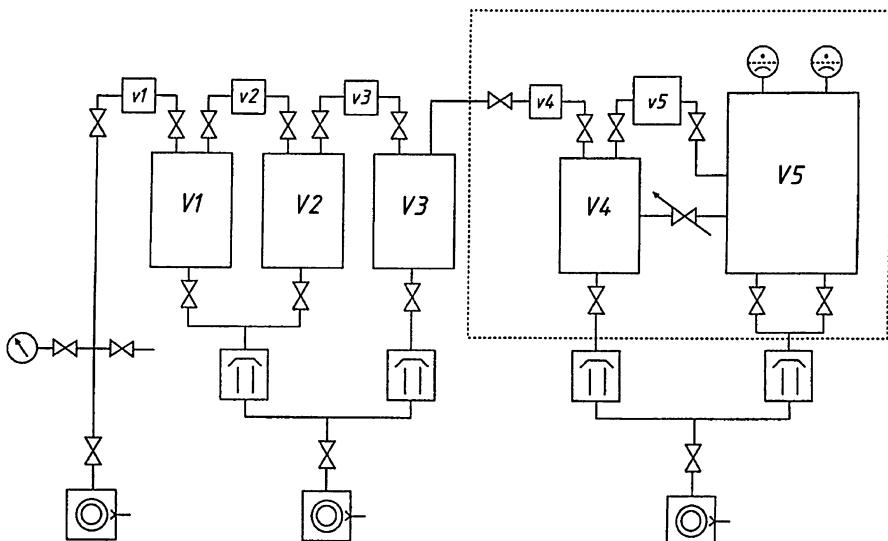


Abb. 9 Beispiel eines fünfstufigen Expansionssystems, wie es vom National Physical Laboratory (NPL) in England verwendet wurde. In Volumen V5 konnten Drücke bis zu 10^{-6} Pa erzeugt werden

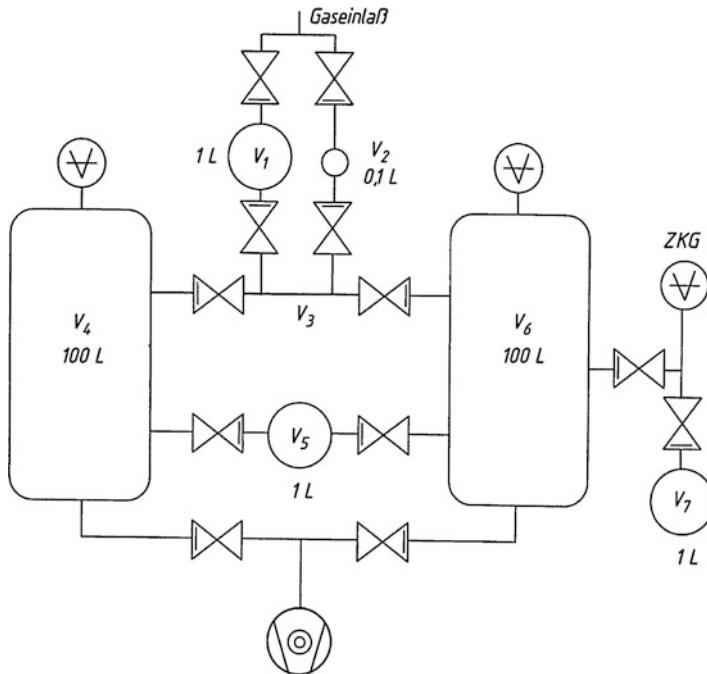


Abb. 10 Beispiel eines zweistufigen Expansionssystems, das von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt benutzt wird. (ZKG: zu kalibrierendes Gerät). Der in V_6 routinemäßig erzeugbare Druck liegt zwischen 10^{-2} Pa und 10^3 Pa

hinreichender Genauigkeit abgeschätzt werden. Bei dem in Abb. 10 dargestellten Expansionssystem der PTB wurde zu diesem Zweck ein weiteres Volumen V_7 eingeführt. Das zu ihm führende Ventil wird zunächst im evakuierten Zustand geschlossen und ein beliebiger, gut zu messender Druck am Prüfling p_x eingestellt. Nachdem das Ventil zu V_6 geschlossen wurde, wird durch Öffnen des Ventils zu V_7 eine Expansion durchgeführt. Wird der sich einstellende Druck mit p_y bezeichnet, so ergibt sich das noch unbekannte Volumen V_x nach dem Boyle-Mariotteschen Gesetz aus

$$V_x = \frac{p_y}{p_x - p_y} \cdot V_7 \quad (12)$$

Die kleinsten Drücke, die mit dem statischen Expansionsverfahren mit hinreichender Genauigkeit dargestellt werden können, ergeben sich aus folgenden Forderungen:

- Die Drücke sollten etwa zwei Größenordnungen über dem Restgasdruck des jeweiligen Systems liegen.
- Die Ausgasrate der Wand der Kalibrierkammer sollte während der Messzeit keine wesentliche Druckerhöhung verursachen.

- Durch Absorption sollte kein signifikanter Anteil des Kalibriergases von den Kammerwänden aufgenommen werden.

Aus dem letzten Grund sind nicht alle Gase als Kalibriergase für das statische Expansionsverfahren geeignet. Edelgase und Stickstoff zeigen bis herab zu Drücken von 10^{-6} Pa keine wesentliche Absorption, während z. B. Wasserstoff nur bis etwa 10^{-2} Pa verwendbar ist. Sauerstoff oder sauerstoffhaltige zweiatomige Gase sind dagegen kaum beim statischen Expansionsverfahren anwendbar. Der schwierigste und entscheidende Punkt beim statischen Expansionsverfahren ist die Bestimmung der Expansions- bzw. Volumenverhältnisse. Diese können 1/100 bis zu 1/100.000 betragen. Die Methoden können hauptsächlich in vier Arten eingeteilt werden:

1. *Das gravimetrische Verfahren.* Hierbei werden die einzelnen Volumen durch Wägung einer jeweils in das betreffende Volumen eingefüllten Flüssigkeit bekannter Dichte bestimmt. Für Volumenwerte $>0,1$ L ist dies die genaueste Methode. Als Flüssigkeit kann mehrfach destilliertes Wasser, Alkohol oder Quecksilber [33] verwendet werden. Beim Einsatz von Wasser müssen jegliche Luftblasen vermieden werden, wozu das gesamte mit Wasser gefüllte Volumen evakuiert wird. Unter Zuhilfenahme von Lichtleitern können schwierige Stellen auf die Abwesenheit von Blasen kontrolliert werden. Wenn die Temperaturschichtung des Wassers gemessen wird und Auftriebskräfte berücksichtigt werden, können relative Messunsicherheiten von wenigen 10^{-4} erzielt werden. Nachteilig bei diesem Verfahren ist, dass komplizierte Verbindungsleitungen mit Ventilen in der Praxis nur schwer vermessen werden können.
2. *Die Methode des konstanten Drucks.* Hierbei wird ein bekanntes, variables Volumen dazu benutzt, das unbekannte Volumen zu messen, indem vor und nach einer Gasexpansion ein Druck gleichen Werts eingestellt wird. Dieses Verfahren ist besonders geeignet, Volumina $<0,1$ L zu bestimmen [34]. Als variables Volumen dient geeigneterweise ein Kolben, der in eine kleine Vakuumkammer mittels einer Mikrometerschraube eingeschoben wird. Diese Vakuumkammer ist von dem zu messenden Volumen durch ein Ventil getrennt. Mittels eines stabilen Vakuummessgeräts wird ein in der Kammer eingestellter Druck gemessen, worauf das Gas in das unbekannte Volumen expandiert wird. Nach dem langsamem Schließen des Ventils (Druckausgleich!) wird der Kolben solange hineingeschoben, bis sich der gleiche Druckwert wie zuvor eingestellt hat. Die Volumenänderung durch den Kolben entspricht dem Wert des zu messenden Volumens.
3. *Expansionsmethode.* Bei diesem Verfahren werden die Drücke vor und nach einer Expansion gemessen und so das Expansionsverhältnis bestimmt. Dieses Verfahren ist nur dann sinnvoll, wenn der Druck nach der Expansion mit ähnlicher Genauigkeit gemessen werden kann wie der vor der Expansion. Um dies zu erreichen, wird die Expansion in das große Volumen mehrfach wiederholt, ohne es zwischenzeitlich zu evakuieren. Wenn das Expansionsverhältnis etwa 1/100 beträgt, stößt man bei einem Anfangsdruck von 100 kPa durch die Akkumulation in einen Druckbereich vor, in dem die relative Messgenauigkeit von einem Quarz-Bourdonmanometer mit einigen 10^{-4} angegeben werden kann. Um das

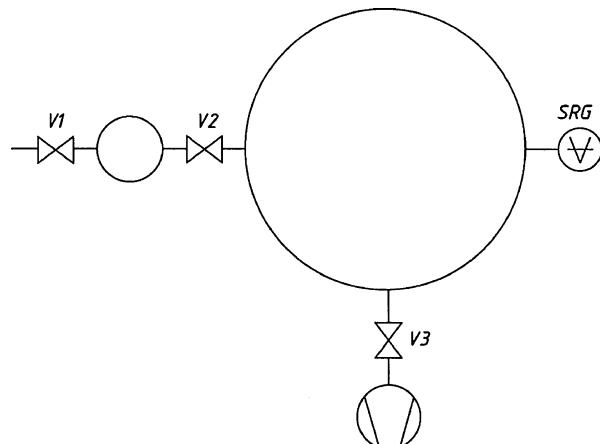
Expansionsverhältnis zu bestimmen, müssen Korrekturen aus dem idealen Gasgesetz, aus Temperaturgradienten zwischen den Kesseln und einer zeitlichen Temperaturdrift berücksichtigt werden [35, 36]. Ein Expansionsverhältnis von 1/100 kann somit mit einer Unsicherheit von $<1 \cdot 10^{-3}$ bestimmt werden. Diese Methode wurde von Elliott und Clapham [37] eingeführt. Eine neuere, wichtige Variante dieser Methode ist die folgende.

4. *Vergleichsmethode*. Hier wird der Druck nach einer Expansion mit dem direkt gemessenen Druck eines möglichst genauen, kalibrierten Vakuummessgeräts verglichen. Diese Methode wurde vor allem durch die Einführung der bis zu etwa 100 Pa sehr genauen Druckwaagen (relative Unsicherheit $\leq 1 \cdot 10^{-4}$) möglich gemacht. In diesem Fall muss das Expansionsvolumen vom Messraum der Druckwaage durch ein differentielles messendes Manometer getrennt werden. Der Diffenzdruck, der nahe Null ist, wird als Korrektur verwendet.

Statt zwei kalibrierten Druckmessgeräten bei der Expansionsmethode kann auch ein einziges, nicht kalibriertes Vakuummeter mit einer Anzeige, die streng proportional dem Druck ist, verwendet werden. Über diese Methode wurde zuerst von *Berman und Fremerey* [38] berichtet. Sie verwendeten ein Gasreibungsvakuummeter, mit dem der Druck vor und nach der Expansion gemessen wurde.

Abb. 11 zeigt den prinzipiellen experimentellen Aufbau. Zunächst wird eine Expansion zur Erzeugung eines hinreichend niedrigen Anfangsdrucks durchgeführt. Nach Schließung des Ventils V2 wird das große Volumen über V3 evakuiert und nach Isolierung der Vakuumpumpe die im kleineren Volumen verbliebene Gasmenge wieder in das große Volumen expandiert. Weil die Abbremsrate des Gasreibungsvakuummeters über 10^{-2} Pa nicht mehr streng proportional dem Druck ist, muss eine Linearisierungsmethode vorgenommen werden. Mit diesem Verfahren ist es möglich, Expansionsverhältnisse bis herunter zu 1/250 mit einer relativen Unsicherheit von $1 \cdot 10^{-3}$ [36] zu bestimmen.

Abb. 11 Messung eines Volumen- bzw. Expansionsverhältnisses mittels eines Gasreibungsvakuummeters



Der wesentliche Vorteil der Expansionsmethode ist, dass sie *in situ* durchgeführt werden kann. Allerdings werden Volumen nicht absolut bestimmt, wie es auch bei den oben beschriebenen Methoden 3 und 4 der Fall ist, was den Nachteil hat, dass zusätzliche Volumen nicht direkt berücksichtigt werden können. Aus diesem Grunde wird das Expansionsverfahren oft mit dem gravimetrischen Verfahren kombiniert.

Die Unsicherheiten der mit der statischen Expansionsmethode erzeugten Drücke sind hauptsächlich durch die Unsicherheit der Expansionsverhältnisse und Unsicherheiten bei der Temperaturmessung bestimmt. Abb. 12 zeigt die relativen Unsicherheiten, die bei der Druckerzeugung mit dem in Abb. 10 gezeigten System der PTB entstehen.

7 Kontinuierliches Expansionsverfahren

Während beim statischen Expansionsverfahren zwei in ihrer Größe stark unterschiedliche Volumina benutzt werden, findet die Druckerniedrigung beim kontinuierlichen Expansionsverfahren durch zwei verschiedene große Blenden statt (Abb. 13).

Das Gas wird kontinuierlich von einem Behälter hohen Drucks durch diese zwei Blenden in eine Vakuumpumpe gepumpt. Gibt es zwischen den Blenden keine Quelle oder Senke des Gases, so gilt die Kontinuumsgleichung, d. h., der pV -

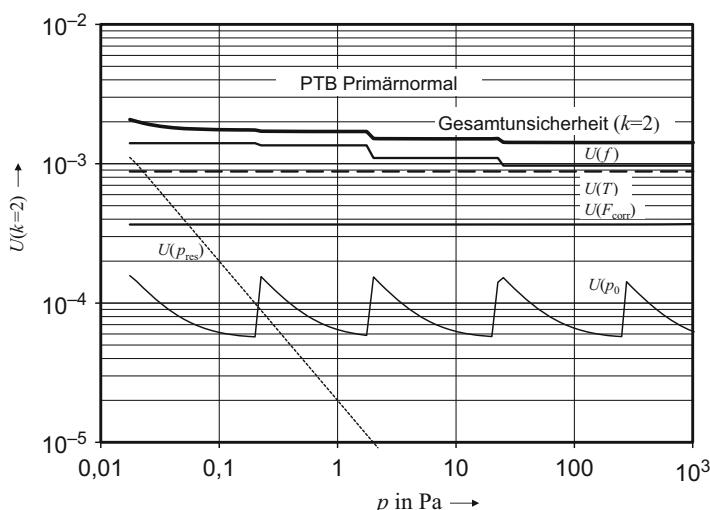


Abb. 12 Unsicherheit der Druckdarstellung des in Abb. 10 gezeigten statischen Expansionsystems SE2 der PTB. Dargestellt ist die zweifache relative Standardunsicherheit, die üblicherweise mit einem Vertrauensintervall von 95 % gleichgesetzt wird. Es bedeuten $U(f)$ die Unsicherheit des realisierten Drucks durch das Expansionsverhältnisse, $U(T)$ durch die Unsicherheit der Temperatur, $U(F_{\text{corr}})$ durch die Unsicherheiten der Korrekturfaktoren wie Virialkoeffizient, Ventilverschließ, Adsorption etc., $U(p_0)$ durch die Unsicherheit des Anfangsdrucks p_0 , $U(p_{\text{res}})$ durch die Unsicherheit des Restdrucks und der Ausgasung (nicht ausgeheiztes System)

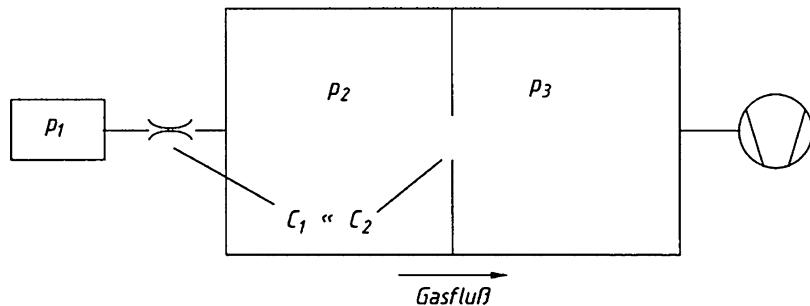


Abb. 13 Prinzip der kontinuierlichen Expansion. Gas in einem Vorratsbehälter wird durch zwei Blenden sehr unterschiedlichen Leitwerts in eine Vakuumpumpe gepumpt

Durchfluss muss bei beiden Blenden gleich sein. Unter isothermen Bedingungen gilt (Bezeichnungen siehe Abb. 13):

$$(p_1 - p_2)C_1 = (p_2 - p_3)C_2 \quad (13)$$

Unter der Näherung, dass p_2 gegen p_1 und p_3 gegen p_2 vernachlässigt werden kann, gilt

$$p_2 = p_1 \frac{C_1}{C_2} \quad (14)$$

Das heißt, dass der Anfangsdruck p_1 gemäß dem Blendenverhältnis zum Druck p_2 untersetzt wird. Dieser Druck p_2 ist der gewünschte Kalibrierdruck.

In einem Primärnormal nach dem kontinuierlichen Expansionsverfahren wird die Blende C_1 sehr klein (10^{-6} – 10^{-5} L/s) gegenüber C_2 (10 L/s–100 L/s) gewählt, so dass die Druckuntersetzung entsprechend groß ist.

Obwohl die prinzipielle Methode ähnlich einfach erscheint wie bei der statischen Expansionsmethode, ist die Durchführung doch wesentlich aufwändiger. So ist die Näherung, dass p_3 gegen p_2 vernachlässigt werden kann, bei den gewünschten Genauigkeiten für p_2 oft nicht ausreichend. Ein weiteres Problem ist, dass sehr kleine Leitwerte, wie sie bei C_1 realisiert werden, vom Druck bzw. der Art der Strömung durch sie abhängen und die Leitwerte zeitlich oft nicht stabil sind. Für höchste Genauigkeitsansprüche ist es daher unumgänglich, C_1 für jede Druckerzeugung neu zu messen. Dies geschieht in den sogenannten Gasdosiersystemen (englisch: gas flowmeter). Ein solches Gasdosiersystem besteht aus einem Gaseinlasssystem, einem Vakuumsystem, in dem der Druck p_1 eingestellt und gemessen werden kann, und einer Messvorrichtung für die Bestimmung des Leitwerts C_1 .

Abb. 14 zeigt das Schema eines Gasdosiersystems, das nach einer Klassifikation von Peggs [39] als Gasdosiersystem konstanten Drucks bezeichnet wird. Der Druck wird mit Sekundärnormalen, die mit einem Drehkolbenmanometer bzw. mit einem statischen Expansionssystem kalibriert wurden, gemessen. Die Messeinrichtung zur Bestimmung des Leitwerts besteht aus einem Arbeitsvolumen (rechts) und einem Referenzvolumen (links, $p_0 = \text{const}$), die durch das Kurzschlussventil V2 und

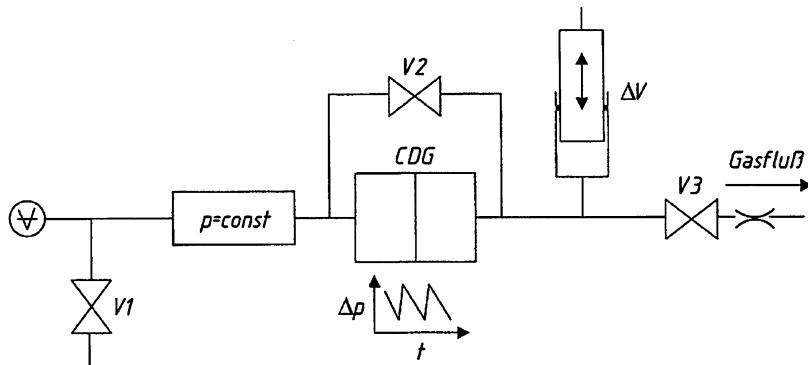


Abb. 14 Prinzipschema eines Gasdosiersystems: Aus dem durch V2, CDG und V3 gebildeten Arbeitsvolumen strömt Gas durch C_1 zum Kalibriersystem, wobei der Druck durch den Volumenverdränger ΔV verändert werden kann (siehe Text). Der Druck auf der Referenzseite des CDG (Kapazitätsvakuummeter) bleibt konstant

das Differenzdruckmessgerät CDG voneinander getrennt sind. Das Arbeitsvolumen, in dem sich ein variables Volumen (Verdränger) befindet, ist zusätzlich durch das Ventil V3 und ein Leck C_1 , durch das Gas zum Kalibriersystem ausströmen kann, begrenzt.

Zur Messung des Leitwerts wird ein von *Bennewitz* und *Dohmann* [40] angegebenes Verfahren verwendet: Zunächst wird mittels des Gaseinlasssystems ein bestimmter Druck eingelassen, wobei die Ventile V1 bis V3 offen sind. Nach Schließung des Ventils V1 und V2 wird der Druck p_1 mit dem für den Druckbereich geeigneten Sekundärnormal gemessen. Sobald Ventil V2 geschlossen ist, bleibt der Druck im Referenzvolumen konstant. Das aus dem Arbeitsvolumen durch V3 herausfließende Gas hat eine Druckabnahme zur Folge, die mit CDG gemessen werden kann. Dessen Signal wird dazu verwendet, den Druck im Arbeitsvolumen konstant zu halten. Dies kann auf zwei Arten geschehen. Das variable Volumen im Arbeitsvolumen, das durch einen Balg realisiert werden kann, wird mit konstanter Geschwindigkeit so verkleinert, dass der Druck im Arbeitsvolumen konstant bleibt. Alternativ kann der Balg in regelmäßigen Abständen um einen festen Betrag ΔV zusammengedrückt werden, so dass der Druck sägezahnartig (mit etwa $\pm 5 \cdot 10^{-4}$) leicht variiert. Die Zeitdifferenz Δt zwischen zwei gleichen Werten des Drucks wird gemessen. In beiden Fällen ist der Leitwert von C_1 gegeben durch die Volumengeschwindigkeit des Verdrängers.

$$C_1 = \frac{\Delta V}{\Delta t} \quad (15)$$

Da zeitlich abhängige Temperaturgradienten zwischen Arbeits- und Referenzvolumen ebenfalls das Messsignal von CDG verändern, muss darauf geachtet werden, dass sich die Temperatur im Gasdosiersystem nicht ändert. Bereits eine Temperaturdrift von 1 mK/min zwischen den beiden Volumina ist im Messergebnis spürbar [41]. Bei

geschlossenen Ventilen V2 und V3 können durch diese Drift erzeugte Druckdifferenzen gemessen werden.

Beispiel 3

Berechne die Beeinflussung der Leitwertmessung von $C_1 = 10^{-6}$ L/s, wenn sich die Temperatur des Referenzvolumens um +1 mK/min bei 23 °C gegenüber dem Arbeitsvolumen ändert ($V_{\text{Arbeitsvolumen}} = 0,1$ L).

Die relative Druckänderung im Referenzvolumen beträgt

$$\frac{\frac{\Delta p}{\Delta t}}{p} = \frac{\frac{\Delta T}{\Delta t}}{T}$$

und erzeugt ein entsprechendes Signal auf CDG. Eine Druckerhöhung auf der Referenzseite ist nicht zu unterscheiden von einem Gasverlust $\Delta V/\Delta t$ (Druckminderung) im Arbeitsvolumen V .

$$\begin{aligned}\frac{\frac{\Delta p}{\Delta t}}{p} &= \frac{\frac{\Delta V}{\Delta t}}{V} \\ \frac{\Delta V}{\Delta t} &= V \cdot \frac{\frac{\Delta p}{\Delta t}}{p} = V \cdot \frac{\frac{\Delta T}{\Delta t}}{T} = 0,1 \text{ L} \cdot \frac{\frac{1 \text{ mK}}{60 \text{ s}}}{296,15 \text{ K}} = 7 \cdot 10^{-9} \text{ L/s}\end{aligned}$$

Dieser Wert ist zu vergleichen mit 10^{-6} L/s, verfälscht also um 0,7 %.

Der pV -Fluss q_{pV} , der vom Gasdosiersystem erzeugt wird, ist bei der gegebenen Temperatur des Gasdosiersystems gegeben durch:

$$q_{pV} = p_1 C_1 \quad (16)$$

Dieser Gasfluss wird nun zum Kalibriersystem geleitet.

Abb. 15 zeigt das Schema eines vollautomatisch arbeitenden Gasdosiersystems, das in der PTB verwendet wird. In diesem Falle wird der kleine Leitwert C_1 durch ein Gasdosierventil V4 realisiert, das so modifiziert wurde, dass der Leitwert unabhängig von der Ventilschraubenstellung ist.

Solche Gasdosiersysteme sind auch Primärnormale für kleine Gasflüsse und bilden das Ende der Rückführungskette für Standardlecktests (vgl. ► Abschn. 4 in Kap. 29, „Kalibrierung von Vakuummessgeräten“).

Ein wichtiger Faktor, um den Kalibrierdruck p_2 genau zu bestimmen, ist die Genauigkeit, mit der der größere Leitwert C_2 bestimmt werden kann. Dies ist, wie wir in ► Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“ gesehen haben, nur im molekularen Strömungsgebiet mit der für ein Primärnormal erforderlichen Genauigkeit möglich, denn dort ist der Leitwert einer ideal dünnen Blende einfach durch die Querschnittsfläche A bestimmt. Das kontinuierliche Expansionsverfahren wird deswegen im Wesentlichen auf Drücke begrenzt, in denen molekulare Strömung herrscht.

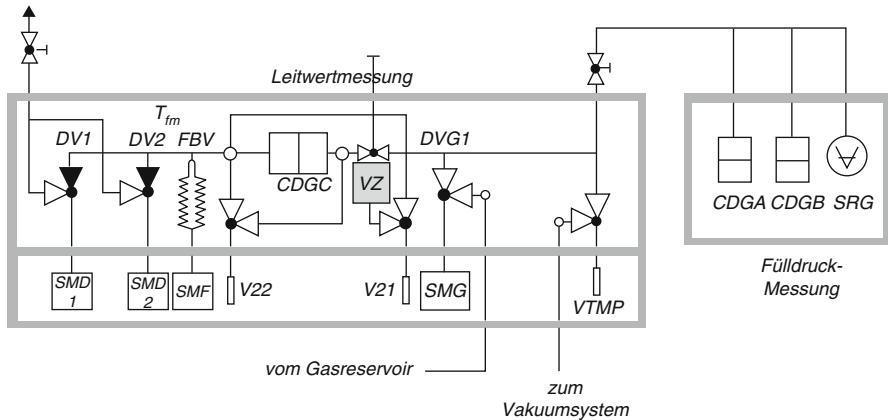


Abb. 15 Ein von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt gebautes, vollautomatisch arbeitendes Gasdosiersystem nach dem Prinzip von Abb. 14. Die Ventile V21, V22, VTMP arbeiten pneumatisch, die modifizierten Dosierventile DV1 und 2 werden mit den Schrittmotoren SMD1 und 2 betätigt, das Dosierventil DVG1, das kontrolliert Gas einlässt, wird mit Hilfe des Schrittmotors SMG gesteuert, das variable Volumen wird durch den Faltenbalg FBV realisiert, dessen Länge mittels einer vom Schrittmotor SMF gesteuerten Mirkometerschraube verändert wird. CDG: Kapazitätsvakuummeter, SRG: Gasreibungsvakuummeter

Das Kalibriersystem muss vor allem die Forderung erfüllen, dass der berechnete Druck und der Druck am Ort des zu kalibrierende Messgeräts gleich ist. Dies ist nicht trivial, weil wir ja kein abgeschlossenes System vor uns haben, sondern in die Kalibrierkammer Gas einlassen und wieder abpumpen.

Das Kalibriersystem kann in vier wichtige Bestandteile gegliedert werden: Das Einlasssystem des Gasdosiersystems, die Kalibrierkammer, die Pumpblende, die den Leitwert C_2 realisiert, und das Pumpsystem.

Einlasssystem. Das Einlasssystem wird so gestaltet, dass sich die am Ausgang eines Rohres auftretende Strahlbildung möglichst wenig in der Kalibrierkammer fortsetzt. Dies kann dadurch geschehen, dass man das Gas zunächst in eine Vorkammer leitet, die wiederum eine kleine dünne Blende zur Kalibrierkammer besitzt. In der Vorkammer wird die Richtungsverteilung der Moleküle wieder gleichverteilt, so dass durch die Blende ein Strom gemäß der Maxwell-Verteilung tritt. Eine andere Möglichkeit besteht darin, vor das Einlassrohr in der Kalibrierkammer eine Prallplatte zu installieren. Diese Prallplatte hat auch den Vorteil, dass kein Molekül den direkten Weg zum Gasauslass (Pumpblende) nehmen kann, eine Korrektur, die im ersten Fall immer noch berücksichtigt werden muss.

Kalibrierkammer. Die Störung der Maxwell-Verteilung durch den Gaseinlass und die Pumpblende kann folgendermaßen minimiert werden:

- Die Form der Kammer kann vorteilhaft als Kugel oder als Zylinder mit gleicher Länge wie Durchmesser ausgebildet werden. Diese Formen minimieren das Verhältnis Oberfläche zu Volumen und den Druckgradienten.

- Die Oberfläche der größten einschreibbaren Kugel sollte mindestens um einen Faktor 1000 größer sein als die offene Blendenfläche. Mit dieser Forderung können Druckinhomogenitäten unter 10^{-3} gehalten werden. Mit der heute relativ leichten Verfügbarkeit von großen Rechnerleistungen ist es jedoch möglich, Monte-Carlo Simulationsrechnungen der Molekülverteilung in Kammern durchzuführen, so dass Korrekturen für die Moleküldichte an den Orten, an denen die zu kalibrierenden Geräte angeflanscht werden, vorgenommen werden können [42]. Auch Messungen von Molekülverteilungen wurden vorgenommen [43].
- Das Kamervolumen sollte um einen Faktor 50 größer sein als das Volumen aller zusätzlich angebauten Volumina.
- Die Flansche, an denen die zu kalibrierenden Geräte angeflanscht werden (Prüfflansche), müssen so orientiert sein, dass eine direkte Wechselwirkung zwischen den Messgeräten ausgeschlossen ist (keine „Sichtverbindung“, nicht zu eng benachbart) und dass ihre Achse weder zum Gaseinlass hin noch zur Pumpblende zeigt.

Pumpblende. Der Leitwert der Pumpblende kann durch folgende Gleichung beschrieben werden:

$$C_2 = A \frac{\bar{c}}{4} K_1 K_2 \quad (17)$$

\bar{c} ist die mittlere thermische Geschwindigkeit der Moleküle, K_1 ein Korrekturfaktor, der die Reflexion von Teilchen an der Blendenkante mit der Dicke l und Durchmesser d berücksichtigt (siehe Gl. 17 in ► Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“)

$$K_1 = 1 - \frac{l}{d} \quad (18)$$

Der Korrekturfaktor K_2 berücksichtigt intermolekulare Stöße und kann durch

$$K_2 = 1 + a \left(\frac{d}{\bar{l}} \right) \quad (19)$$

abgeschätzt werden, wobei a eine Konstante und \bar{l} die mittlere freie Weglänge bezeichnet. Der Wert von a liegt nach älterer Literatur [44–46] zwischen 0,01 und 0,125, ein experimenteller Wert liegt bei $a = 0,08$ [47].

Je kleiner die beiden Korrekturfaktoren gemacht werden können, desto geringer sind die aus ihnen resultierenden Unsicherheiten des Leitwerts. Deswegen wird die Blende so dünn wie möglich gefertigt, z. B. durch eine spitz zulaufende Kante, und die Drücke so klein gehalten, dass die mittleren freien Weglängen groß sind gegen den Blendendurchmesser.

Das Pumpsystem. Der Druck p_3 kann gegen den Kalibrierdruck p_2 nur dann vernachlässigt werden, wenn der Leitwert C_2 der Pumpblende klein gegen das

effektive Saugvermögen der Hochvakuumpumpe ist. Dies ist z. B. bei Verdampfer-Kryopumpen der Fall, bei denen sich hinter der Pumpblende Kaltflächen auf einer Temperatur von 2,7 K befinden [43]. Bei Verwendung solcher Pumpen kann auf eine separate Kammer hinter der Pumpblende verzichtet werden. Das Saugvermögen von Turbomolekular- oder Diffusionspumpen reicht jedoch nicht aus, um die obige Annahme zu rechtfertigen. In diesem Fall muss der Leitwert C_2 der Blende durch

$$C'_2 = C_s \left(1 - \frac{p_3}{p_2} \right) \quad (20)$$

ersetzt werden. Das Verhältnis p_3/p_2 , das oft auch Rückstromfaktor genannt wird, hängt vom Druck und der Gasart ab und nimmt Werte zwischen 10^{-3} für schwere Gase und 0,2 für leichte Gase an. Dieses Verhältnis kann nur gemessen werden, wenn sich hinter der Pumpblende eine etwa gleich große Kammer wie die Kalibrierkammer befindet, damit eine hinreichend gleichförmige Druckverteilung in dieser Pumpkammer zur Messung von p_3 herrscht.

Zur Berücksichtigung nicht isothermer Verhältnisse empfiehlt es sich, sowohl den Gasfluss bei der Temperatur des Gasdosiersystems als auch des Gases bei der Temperatur der Kalibrierkammer auf eine gemeinsame Temperatur von 23 °C zu beziehen. Dies führt jedoch zu der Schwierigkeit, dass unterschiedliche Temperaturkorrekturen gemacht werden müssen, je nachdem ob die zu kalibrierenden Messgeräte auf die Moleküldichte (z. B. Ionisationsvakuummeter), auf die Auftreffrate (z. B. Gasreibungsvakuummeter) oder auf den Druck reagieren. Dieses Problem kann umgangen werden, indem der tatsächlich in der Kalibrierkammer bei deren Temperatur herrschende Druck berechnet wird. Die entsprechende Temperaturkorrektion wird ausführlich in [48] behandelt.

Ein großer Vorteil des kontinuierlichen Expansionsverfahrens ist, dass in der Kammer ein stationäres Gleichgewicht herrscht: Gleichviel Teilchen verlassen die Kammer wie in sie hineintreten. Deswegen sind Adsorptions- und Desorptionseffekte nur solange von Bedeutung, bis dieses Gleichgewicht nach einer gewissen Zeit erreicht ist. Somit stehen prinzipiell mehr Gase als Kalibriergas zur Verfügung als beim statischen Expansionsverfahren. Selbst Wasserdampf wurde mit einem Erfolg angewendet [49].

Wie bereits erwähnt, ist die obere Druckgrenze dieses Expansionsverfahrens durch den Übergang vom molekularen Strömungsverhalten zum viskosen Strömungsverhalten bestimmt. In der Praxis bedeutet das, dass die obere Druckgrenze bei wenigen 10^{-2} Pa liegt. Mit größerem Aufwand bei der Realisierung von C_2 durch Verwendung von mit Mikrostrukturtechniken gefertigten Kapillaren von wenigen μm Durchmesser ist es jedoch möglich, auch höhere Drücke zu erreichen.

Die untere Druckgrenze des kontinuierlichen Expansionsverfahrens ist zum einen durch den Restdruck in der Kalibrierkammer bestimmt, zum anderen durch den kleinsten Gasfluss, der mit hinreichender Genauigkeit erzeugt werden kann. Dieser beträgt etwa 10^{-5} Pa L/s, so dass gemäß Gl. 15 und 17 etwa 10^{-7} Pa in der Kalibrierkammer erzeugt werden können.

Um noch geringere Drücke einzustellen, kann das Flussteilerprinzip angewendet werden [50–52]. Eine solche Apparatur ist in Abb. 16 dargestellt.

Der vom Gasdosiersystem herkommende Fluss wird zunächst in die Verteilerkammer V_0 geleitet, in der sich zwei Blenden stark unterschiedlichen Leitwerts (Nominalwerte $C_{01} = 5 \text{ L/s}$, $C_{02} = 0,05 \text{ L/s}$) befinden. Wenn nun beide Kammer mit den Verdampfer-Kryopumpen KP1 und KP2 gepumpt werden, fließen rund 99 % des Gasflusses in die Kalibrierkammer V_1 , aber nur 1 % in die Kammer V_2 . Das bedeutet, dass der Druck in V_2 um etwa einen Faktor 100 kleiner ist als in V_1 . Auf diese Weise gelingt es, beim gleichen Gesamtfluss von einem Gasdosiersystem einen um einen Faktor 100 kleineren Kalibrierdruck herzustellen. Lediglich die Unsicherheit des zu messenden Blendenverhältnisses C_{02}/C_{01} kommt hinzu.

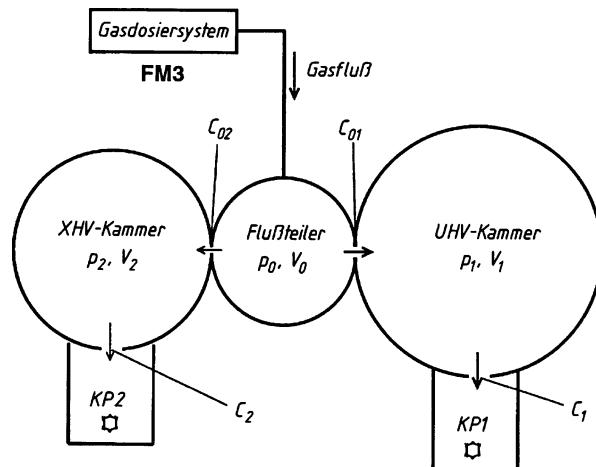
Die Unsicherheit der erzeugbaren Drücke in einem solchen System sind in Abb. 17 dargestellt. In fast dem gesamten Bereich dominiert die Unsicherheit des erzeugten Gasflusses, lediglich bei Drücken oberhalb von 10^{-2} Pa spielt die Unsicherheit des Leitwerts der Blende durch den Übergang zur viskosen Strömung einen größeren Beitrag.

8 Sonstige Primärnormale

Neben den beschriebenen Primärnormalen gibt es weitere Primärnormale, die mit Molekularstrahlverfahren und mit Druck-Zeit-Verfahren arbeiten. Auch optische Verfahren werden wohl in Zukunft eine erhebliche Rolle spielen.

Ein Primärnormal nach dem Molekularstrahlverfahren wurde von *Grosse* und *Messer* entwickelt [53]. Es ist jedoch aufwändig im Betrieb und hat den prinzipiellen Nachteil, dass im Kalibrierraum relativ kleine Leitwerte zur Pumpe verwendet

Abb. 16 Das Kalibriersystem CE3 der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt nach dem kontinuierlichen Expansionsverfahren mit Flussteiler. KP: Verdampferkryopumpe. In den beiden Kammern können Drücke zwischen 10^{-10} Pa und $3 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$ erzeugt werden



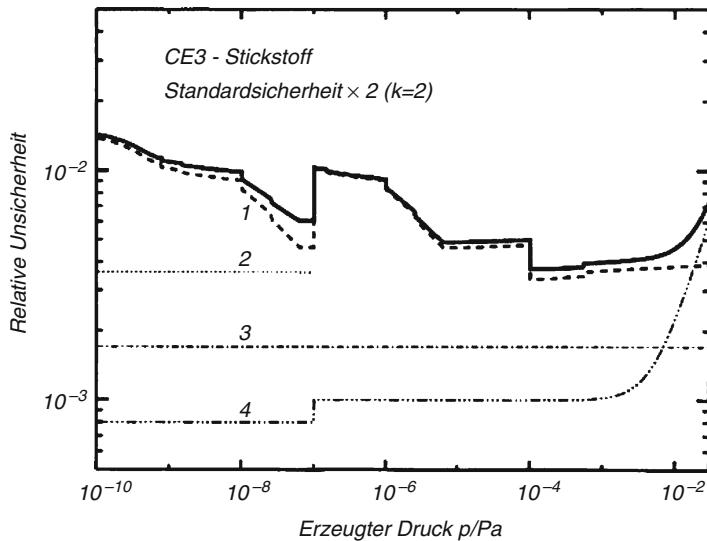


Abb. 17 Die Unsicherheiten der durch das Kalibriersystem CE3 (Abb. 16) erzeugten Drücke. Die einzelnen Unsicherheiten sind verursacht durch die ungenaue Kenntnis 1 des Gasflusses, 2 des Blendenverhältnisses C_{01}/C_{02} im Flussteiler, 3 der Temperatur, 4 des Leitwerts der Pumpblenden C_1 bzw. C_2

werden müssen, so dass der Restdruck meist durch die Ausgasung des zu kalibrierenden Ionisationsvakuummeters bestimmt ist.

Druck-Zeit-Verfahren, die von *Kuz'min* [54] zusammengefasst wurden, nützen aus, dass der Druckanstieg bzw. Druckabfall in einem vorgegebenen, bekannten Volumen, hervorgerufen durch einen kleinen Leitwert aus einem Kessel konstanten Drucks bzw. zu einer Vakuumpumpe, eine unter Vernachlässigung von Ad- und Desorptionseffekten streng bekannte Funktion ist. Sie haben jedoch einen sehr eingeschränkten Druckbereich und sind zeitaufwändig.

In jüngster Zeit wurde ein optisches Verfahren mittels Brechungsindexmessung entwickelt [55, 56], was das Potential hat, in Zukunft zu einem Primärverfahren aufzusteigen [57]. Hierbei wird nicht die Definitonsgleichung des Drucks als Kraft pro Fläche (Gl. 1 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“), sondern die ideale Gasgleichung in der Form Gl. 19 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ genutzt, um die Einheit des Pascal zu realisieren. Brechzahl und Gasdichte sind über die Lorentz-Lorenz Gleichung

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} = \frac{\alpha}{3\epsilon_0} \rho_N \quad (21)$$

miteinander verbunden. Hierbei ist n der Brechzahl des Gases und ρ_N dessen Teilchendichte, α ist die dynamische Polarisierbarkeit eines Einzelmoleküls bei der betreffenden Wellenlänge.

Auch andere optische Verfahren mittels Laserabsorption können als Primärverfahren genutzt werden [58]. Mit der Laserabsorptionsspektroskopie oder Cavity-Ringdown-Spektroskopie [59] (siehe ► Abschn. 3 in Kap. 26, „Partialdruckmessung“) können Moleküldichten absolut bestimmt werden, wenn die Liniенstärken der Absorptionsübergänge der entsprechenden Gase bekannt sind.

Ältere Verfahren über die Ionisation mit Lasern [60–62] haben sich wegen der nur mäßig bekannten Größe des Ionisationsvolumens für ein Primärverfahren nur als eingeschränkt tauglich erwiesen.

Literatur

1. Internationales Wörterbuch der Metrologie (VIM), ISO/IEC-Leitfaden 99:2007, Hrsg. DIN, 4., überarb. Aufl. Beuth Verlag, ISBN 978-3-410-22472-3 (2007)
2. Jousten, K., Filipelli, A.R., Tilford, C.R., Redgrave, F.J.: Comparison of the standards for high and ultrahigh vacuum at three national standards laboratories. *J. Vac. Sci. Technol. A* **15**, 2395–2406 (1997)
3. Müller, A., et al.: Final report on key comparison CCM.P-K4 of absolute pressure standards from 1 Pa to 1000 Pa. *Metrologia* **39**, Techn. Suppl. 07001, (2002)
4. Jousten, K., et al.: Results of the regional key comparison Euromet.M.P-K1.b in the pressure range from $3 \cdot 10^{-4}$ Pa to 0,9 Pa. *Tech. Suppl. Metrologia* **42**, Tech. Suppl. 07001, (2004)
5. Jousten, K., Santander Romero, L.A., Torres Guzman, J.C.: Results of the key comparison SIM-Euromet.M.P-BK3 (bilateral comparison) in the pressure range from $3 \cdot 10^{-4}$ Pa to 0.9 Pa. *Tech. Suppl. Metrologia* **42**, Tech. Suppl. 07002 (2005)
6. Calcatelli, A., et al.: Final report on key comparison EUROMET.M.P-K1.a, Euromet project 442 A, pressure range: 0.1 Pa–1000 Pa. *Tech. Suppl. Metrologia* **42**, Tech. Suppl. 07001 (2005)
7. Jousten, K., Bock, Th., Pražák, D., Krajiček, Z.: Final report on the supplementary comparison Euromet.M.P-S2 (bilateral comparison) in the pressure range from 30 Pa to 7000 Pa. *Metrologia* **44**, Tech. Suppl. 07007, (2007)
8. Olson, D.A., Abbott, P.J., Jousten, K., Redgrave, F.J., Mohan, P., Hong, S.S.: Final report of key comparison CCM.P-K3: Absolute pressure measurements in gas from 3×10^{-6} Pa to 9×10^{-4} Pa. *Metrologia* **47**, Tech. Suppl. 07004, (2010)
9. Yoshida, H., Arai, K., Akimichi, H., Hong, S.S., Song, H.W.: Final report on key comparison APMP.M.P-K3: Absolute pressure measurements in gas from 3×10^{-6} Pa to 9×10^{-4} Pa. *Metrologia* **48**, S. 63, Tech. Suppl. 07013, (2011)
10. Jousten K., et al.: Final report of key comparison CCM.P-K12 for very low helium flow rates (leak rates). *Metrologia* **50**, Techn. Suppl. 07001, (2013)
11. Krajiček, Z., et al.: Final report on EURAMET.M.P-K4.2010 – key and supplementary comparison of national pressure standards in the range 1 Pa to 15 kPa of absolute and gauge pressure. *Metrologia* **51**, Tech. Suppl. 07002, (2014)
12. Fedchak, J.A., Bock, Th., Jousten, K.: Bilateral key comparison CCM.P-K3.1 for absolute pressure measurements from 3×10^{-6} Pa to 9×10^{-4} Pa. *Metrologia* (2014)
13. Šetina, J., Vičar, M., Pražák, D.: Results and evaluation of key comparison CCM.P-K12.1 for very low helium flow rates (leak rates). *Metrologia* **52**, Tech. Suppl. 07013, (2015)
14. Yoshida, H., Arai, K., Komatsu, E., Fujii, K., Bock, Th., Jousten, K.: Report of pilot study CCM.P-P1 for international comparison of absolute pressure measurements in gas from 3×10^{-9} Pa to 9×10^{-4} Pa. *Metrologia* **52**, Tech. Suppl. 07012, (2015). <https://doi.org/10.1088/0026-1394/52/1A/07012>
15. Ricker, J., et al.: Final report on the key comparison CCM.P-K4.2012 in absolute pressure from 1 Pa to 10 kPa. *Metrologia* **54**, Tech. Suppl. 07002, (2017)
16. Wüthrich, C., et al.: Final report on the key comparison, CCM.PK15 in the pressure range from 1.0×10^{-4} Pa to 1.0 Pa. *Metrologia* Tech. Suppl., (2017)

17. Adametz, H., Wloka, M.: Measurements of the absolute density of mercury in the ASMW. *Metrologia* **28**, 333–337 (1991)
18. Sommer, K.-D., Poziemski, J.: Density, thermal expansion and compressibility of mercury. *Metrologia* **30**, S. 665–668. (1993/94)
19. Bennet, S.J., Clapham, P.B., Dadson, J.E., Simpson, D.I.: Laser interferometry applied to mercury surfaces. *J. Phys. E Sci. Instrum.* **8**, 5–7 (1975)
20. Jäger, J.: Use of a precision mercury manometer with capacitance sensing of menisci. *Metrologia* **30**, S. 553–558. (1993/94)
21. Bauer, H.: Die Darstellung der Druckskala im Bereich von 0,01 bar bis 2 bar durch das Quecksilbernormalmanometer der PTB. *PTB-Mitteilungen* **89**, 248–255 (1979)
22. Heydemann, P.L.: A fringe-counting pulsed ultrasonic interferometer. *Rev. Sci. Instrum.* **42**, 983–986 (1971)
23. Tilford, C.R.: The speed of sound in a mercury ultrasonic interferometer manometer. *Metrologia* **24**, 121–131 (1987)
24. Gaede, W.: Die Diffusion der Gase durch Quecksilberdampf bei niederen Drucken und die Diffusionsluftpumpe. *Ann. Phys.* **46**, 357 (1915)
25. Ishi, H., Nakayama, K.: 8th AVS Nat. Vac. Symp, 519 (1962)
26. Meinke, Chr., Reich, G.: Influence of diffusion on the measurement of low pressure with the McLeod vacuum gauge. *Vacuum* **13**, 579–581 (1963)
27. Klingenberg, G., Lüdicke, F.: *PTB-Mitteilungen* **101**, 7–18 (1991)
28. Tilford, C.R., Hyland, R.W., Sheng, Y.T.: Yi-Tang, BIPM. Bureau Int. Poids et Mesures Monogr. **89**(1), 105–113 (1989)
29. Rendle, C.G., Rosenberg, H.: New absolute pressure standard in the range 1 Pa to 7 kPa. *Metrologia* **36**, 613–615 (1999)
30. Ooiwa, A., Ueki, M.: Development of novel air piston gauge for medium vacuum and fine differential pressure measurement. *Vacuum* **44**, 603–605 (1993)
31. Ooiwa, A.: Novel nonrotational piston gauge with weight balance mechanism for the measurement of small differential pressures. *Metrologia* **30**, 607–610 (1993)
32. Knudsen, M.: Thermischer Molekulardruck der Gase in Röhren und porösen Körpern. *Ann. Phys. (Leipzig)* **31**, 633 (1910)
33. Schuman, S.: *Trans. Natl. Vac. Symp.* **9**, 463 (1962)
34. Bergoglio, M., Calcatelli, A., Marzola, L., Rumanio, G.: Primary measurements down to 10^{-6} Pa. *Vacuum* **38**, 887 (1988)
35. Jitschin, W., Migwi, J.K., Grosse, G.: Pressures in the high and medium vacuum range generated by a series expansion standard. *Vacuum* **40**, 293–304 (1990)
36. Jousten, K., Aranda Contreras, V., Röhl, P.: Volume ratio determination in static expansion systems by means of a spinning rotor gauge. *Vacuum* **52**, 491–499 (1999)
37. Elliott, K.W.T., Clapham, P.B.: The accurate measurement of the volume ratios of vacuum vessels. *NPL Report MOM* **28** (1978)
38. Berman, A., Fremerey, J.K.: Precision calibration of a static pressure divider by means of a spinning rotor gauge. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 2436–2439 (1987)
39. Peggs, G.N.: The measurement of gas throughput in range 10^{-4} to 10^{-10} Pa m³/s. *Vacuum* **26**, 321 (1976)
40. Bennewitz, H.G., Dohmann, H.D.: Dynamische Druckbestimmung. *Vak. Technol.* **14**, 8 (1965)
41. Jousten, K., Messer, G., Wandrey, D.: A precision gas flowmeter for vacuum metrology. *Vacuum* **44**, 135–141 (1993)
42. Szwemin, P., Szymansky, K., Jousten, K.: Monte Carlo study of a new PTB primary standard for very low pressures. *Metrologia* (2000)
43. Grosse, G., Messer, G.: Experiences with cryopumps in calibration devices. *Vacuum* **20**, 373–376 (1970)
44. Poulter, K.F.: Vacuum gauge calibration by the orifice flow method in the pressure range 10^{-4} to 10 Pa. *Vacuum* **28**, 135 (1978)
45. Liepmann, W.: Gas kinetics and gas dynamics of orifice flow. *J. Fluid Mech.* **10**, 65 (1961)

46. Sharma, J.K.N., Mohan, P., Sharma, D.R.: Comparison of two primary pressure standards using spinning rotor gauges. *J. Vac. Sci. Technol. A* **8**, 941 (1990)
47. Looney, J.P. NIST, pers. Mitteilung
48. Jousten, K.: Temperature corrections for the calibration of vacuum gauges. *Vacuum* **49**, 81–87 (1998)
49. Tison, A., Tilford, C.R.: RL/NIST Workshop on Moisture Measurement and Control for Microelectronics (Moore, B.A., Carpenter, J.A., Jr. Hrsg.). NISTIR **5241**, NIST, Washington, DC, S. 19–29 (1993)
50. Roehring, J.R., Simons, J.C.: *Trans. Natl. Vac. Symp.* **9**, 511 (1962)
51. Feakes, F., Torney, F.L.: *Trans. Natl. Vac. Symp.* **10**, 257 (1963)
52. Jousten, K., Menzer, H., Niepraschk, R.: A fully automated, primary standard for generating pressures between 10^{-10} Pa and $3 \cdot 10^{-2}$ Pa with respect to residual pressure. *Metrologia* **36**, 493–497 (1999)
53. Grosse, G., Messer, G.: Calibration of vacuum gauges at pressures below 10^{-9} mbar with a molecular beam method. *Vak. Technol.* **30**, 226 (1981)
54. Kuz'min, V.V.: Development of pressure–time dependence methods for the calibration of vacuum gauges: a review. *Vacuum* **46**, 251 (1995)
55. Egan, P.F., et al.: Performance of a dual Fabry–Perot cavity refractometer. *Opt. Lett.* **40**(17), 3945–3948 (2015). <https://doi.org/10.1364/OL.40.003945>
56. Silander, I., et al.: Optical measurement of the gas number density in a Fabry–Perot cavity. *Meas. Sci. Technol.* **24**, 105207 (2013). <https://doi.org/10.1088/0957-0233/24/10/105207>
57. Egan, P.F., Stone, J.A., Ricker, J.E., Hendricks, J.H.: Comparison measurements of low-pressure between a laser refractometer and ultrasonic manometer. *Rev. Sci. Instrum.* **87**(5). <https://doi.org/10.1063/1.4949504>
58. Jousten, K., Padilla, G., Bock, Th.: Investigation on tunable diode laser absorption spectroscopy for its application as primary standard for partial pressure measurements. *J. Phys. Conf. Ser.* **100**, 092005, IOP Publishing, Proceedings IVC-17/ICSS-13 and ICN + T2007, (2008). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/100/9/092005>
59. Hodges, J.T., Looney, J.P., van Zee, R.D.: Response of a ringdown-cavity to an arbitrary excitation. *J. Chem. Phys.* **105**, 10278–10288 (1996)
60. Looney, J.P.: Measurement of CO pressures in UHV regime using resonance-enhanced multiphoton-ionization time-of flight mass spectroscopy. *J. Vac. Sci. Technol. A* **11**, 3111–3120 (1993)
61. Shimizu, H., Hashizume, H., Ichimura, S., Kokubun, K.: Detection of sputtered neutral atoms by nonresonant multiphoton ionization. *Jpn. J. Appl. Phys.* **27**, 502–505 (1988)
62. Ichimura, S., Kokubun, K., Shimizu, H., Sekine, S.: Possibility and current status of absolute XHV measurement by laser ionization. *Vacuum* **47**, 545–552 (1996)



Kalibrierung von Vakuummessgeräten

29

Karl Jousten

Zusammenfassung

Kalibrierungen ermitteln den Unterschied der Anzeige eines Messgeräts zum wahren Wert der physikalischen Messgröße. Vakuummessgeräte werden üblicherweise im Vergleichsverfahren mit Bezugsnormalen kalibriert. Diese müssen auf Primärnormale zurückgeführt sein, das heisst, es muss eine ununterbrochene Kalibrierungen zu Primärnormalen bestehen. Die Besonderheiten der Kalibrierungen von Vakuummessgeräten werden beschrieben.

1 Einleitung

Unter Kalibrieren versteht man die Ermittlung des Zusammenhangs zwischen den ausgegebenen Werten eines Messgerätes und den zugehörigen, durch Normale festgelegten Werten einer Messgröße unter vorgegebenen Bedingungen. Kalibrierungen von Messgeräten sind insbesondere dann notwendig, wenn die Ausgangsgröße Y des Messgerätes nicht durch eine physikalische Formel über bekannte Eingangsgrößen X_i eindeutig beschrieben werden kann oder nicht alle Eingangsgrößen bekannt sind bzw. gemessen werden können. In den meisten Fällen wird die angezeigte Messgröße Y eines Messgerätes nicht direkt gemessen, sondern über andere Eingangsgrößen bestimmt.

$$Y = F(X_i)$$

Hierbei können einige der X_i auch physikalische Konstanten sein. Sind nicht alle X_i bekannt, müssen sie vor einer Messung mit dem Messgerät durch eine Kalibrierung

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

bestimmt werden. Ist auch dies nicht möglich, legt man eine neue Beziehung mittels einer Kalibrierkonstanten fest.

Zur Verdeutlichung betrachten wir das Ionisationsvakuummeter. Der angezeigte Druck ist nach Gl. 3 ► [Abschn. 3 in Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“](#) gegeben durch

$$p = \frac{I^+}{I_e} \cdot \frac{kT}{\sigma\Delta l}$$

wobei I^+ der gemessene Ionenstrom, I_e der Strom derjenigen Elektronen, die in den Ionisationsraum eintreten, T die Temperatur des Gases, σ der von der Energie der stoßenden Elektronen und der Gasart abhängige Wirkungsquerschnitt für Ionisierung, Δl der mittlere Weg der Elektronen durch den Ionisationsraum und k die Boltzmannkonstante ist. Lediglich k als physikalische Konstante und I^+ als gemessene Größe sind hier gut bekannt, alle anderen Größen nicht. So ist es beispielsweise nicht möglich, durch Simulationsrechnungen den mittleren Weg Δl der Elektronen durch den Ionisationsraum mit hinreichender Genauigkeit zu berechnen, teilweise auch deswegen, weil die örtliche Emissionsverteilung der Elektronen auf der Kathode sich zeitlich ändert [1].

Mittels einer Kalibrierkonstanten kann eine neue Beziehung von Eingangsgröße bzw. Messgröße (in unserem Beispiel der Ionenstrom I^+) und Ausgangsgröße (hier der Druck) festgelegt werden. Im Falle des Ionisationsvakuummeters ist dies durch die Vakuummeterkonstante (Gl. 5 in ► [Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“](#)) geschehen. Diese Kalibrierkonstante wird mittels einer Kalibrierung bestimmt.

Der Sinn jeder Kalibrierung ist, die Messrichtigkeit eines Messgeräts festzustellen, indem die angezeigte Größe auf die SI-Einheiten direkt oder indirekt zurückgeführt wird. Dies ist nicht nur von physikalischer, sondern auch wirtschaftlicher Bedeutung (Abb. 1). Wird beispielsweise von einem Hersteller einer Hochvakuum-pumpe bei einer Saugvermögensmessung ein Vakuummessgerät verwendet, das einen zu hohen Druck über dem Saugflansch anzeigt, so wird der Hersteller einen

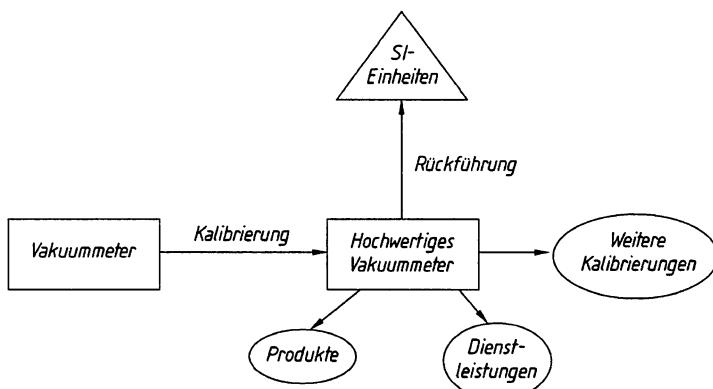


Abb. 1 Sinn einer Vakuummeterkalibrierung

zu niedrigen Wert des Saugvermögens angeben und eventuell einen Nachteil gegenüber einem Konkurrenten erhalten, der korrekt gemessen hat.

Aus diesem Grund hat die Internationale Standard Organisation (ISO) in den 1990er-Jahren und im Jahr 2000 Normen verabschiedet, die gewährleisten sollen, dass Kalibrierlaboratorien nach strengen Qualitätsrichtlinien arbeiten und die Rückführung ihrer Messgeräte zu den SI-Einheiten sicherstellen.

Für die Kalibrierung von Vakuummessgeräten gibt es zwei grundsätzliche Methoden:

1. Die Anzeige des zu kalibrierenden Geräts wird mit dem bekannten Druck in einem Primärnormal ([► Kap. 28, „Primärnormale für das Vakuum“](#)) verglichen. Dies ist die genauere der beiden Methoden.
2. Die Anzeige des zu kalibrierenden Geräts wird mit der eines anderen kalibrierten Vakuummessgeräts verglichen. Ein solches Gerät wird Sekundärnormal genannt, wenn es zuvor an einem Primärnormal kalibriert wurde, oder allgemein Referenznormal. Diese Methode wird Vergleichsmethode genannt und wird im folgenden Abschn. [2](#) beschrieben.

Eine wichtige Bedingung für den Einsatz eines Vakuummessgerätes als Referenznormal ist dessen Transport- und Langzeitstabilität, damit die bei der Kalibrierung gewonnene Information nicht vorschnell verloren geht. Darüber hinaus muss auch die Messunsicherheit im Vergleich zu anderen Messgerätetypen desselben Druckbereichs niedrig sein. Daraus folgt, dass es für einen Druckbereich in der Regel einen besonders geeigneten Gerätetyp gibt (siehe Tab. 1 in [► Kap. 28, „Primärnormale für das Vakuum“](#)). Die am meist verbreiteten werden in Abschn. [2.1](#) bis Abschn. [2.3](#) im Hinblick auf ihren Einsatz als Referenznormale beschrieben.

Obwohl Partialdruckmessgeräte nicht für den vollen Umfang ihrer Messmöglichkeiten kalibriert werden können, sind für klar definierte Bedingungen Kalibrierungen möglich und sinnvoll. Auf diese wird in Abschn. [3](#) eingegangen. Mit Testlecks werden die Anzeigen von Lecksuchgeräten kalibriert, so dass auch deren Rückführung auf die SI-Einheiten erforderlich ist. Dies wird in Abschn. [4](#) beschrieben.

2 Das Vergleichsmessverfahren

Beim Vergleichsmessverfahren wird ein zu kalibrierendes Gerät mit einem bereits kalibrierten (Bezugs- oder Referenznormal) verglichen. Es ist das einfachste und schnellste Kalibrierverfahren und wird daher am häufigsten angewendet, auch wenn größere Messunsicherheiten bei der Kalibrierung in Kauf genommen werden müssen. In den meisten Fällen ist die dabei erreichbare Messunsicherheit jedoch ausreichend.

Ein Vergleich der Anzeigen zweier Vakuummessgeräte ist nur sinnvoll, wenn sie dem gleichen Druck ausgesetzt werden. Das bedeutet, dass die entsprechenden Vakuumkammern und die Anordnung der Flansche daran so konstruiert sein müssen, dass diese Forderung erfüllt wird. Die ISO 3567 [\[2\]](#) gibt dazu die entsprechenden Richtlinien. So darf bei der Einstellung des Drucks durch eine stationäre

Strömung der eintretende Gasstrom weder das Bezugsnormal noch das zu kalibrierende Messgerät noch die zu denselben führenden Flanschöffnungen direkt treffen. In ähnlicher Weise darf auch keine direkte Sichtverbindung zur Pumpenöffnung bestehen. Alle Messgeräte sollen sowohl symmetrisch zum Gaseinlass als auch zum Pumpenauslass angeordnet sein.

Wenn der Druck nicht durch eine stationäre Strömung, sondern statisch eingesetzt wird, d. h. dass die Vakuumpumpe von der Kammer abgeschlossen ist, kann auf die eben beschriebenen geometrischen Anforderungen verzichtet werden, weil in einem abgeschlossenen System der Druck überall gleich ist. (Es dürfen aber auch keine thermischen Effusionseffekte auftreten, siehe ► Abschn. 1.5 in Kap. 10, „Strömung von Gasen durch Rohre und Blenden“) Dieses Druckeinstellverfahren wird man in der Regel bei Drücken oberhalb 100 Pa anwenden. Bei der Einstellung des Drucks über eine stationäre Strömung sollte eine hinreichende zeitliche Stabilität des Drucks gewährleistet sein, damit innerhalb der Zeitspanne der Auslesung des Bezugsnormals und des Prüfgeräts der Druck konstant bleibt.

Um Störungen der Druckverteilung durch Adsorptions-, Desorptions- und Pumpeffekte zu minimieren, sollten die Rohrverbindungen zu den Messgeräten möglichst kurz sein und mindestens den gleichen Durchmesser wie der Eintrittsflansch des Messgeräts besitzen. Aus denselben Gründen soll die Form der Kammer ein möglichst kleines Verhältnis von Oberfläche zu Volumen besitzen. Im Idealfall ist dies die Kugelform, zulässig ist aber nach ISO 3567 auch ein Verhältnis, wie es bei einem geraden Zylinder vorkommt, dessen Länge seinem 2-fachen Durchmesser entspricht. Der Restdruck in der Kalibrierkammer sollte nicht größer sein als 10 % des niedrigsten Kalibrierdruckes.

Die Kalibrierungen sollten vorzugsweise bei 23 °C vorgenommen werden. Ein Beispiel eines Kalibriersystems ist in Abb. 2 gezeigt.

Die Qualität des Kalibrierergebnisses (ISO 27893) ist wesentlich von der Qualität des Bezugsnormals abhängig. Hierzu zählen insbesondere dessen Messgenauigkeit, Wiederholbarkeit und Langzeitstabilität sowie die Art, wie dessen Kalibrierung vorgenommen wurde. Diese Aspekte werden in den folgenden Abschnitten behandelt.

Wurde das Bezugsnormal an einem Primärnormal kalibriert, gilt es als Sekundärnormal. In den Konformitätsbewertungsstellen der deutschen Akkreditierungsstelle (DAkkS, früher DKD) werden fast ausschließlich Sekundärnormale verwendet, die von den Laboratorien für Druck und Vakuummetrologie der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt in Braunschweig und Berlin kalibriert wurden. Eine Adressenliste dieser Kalibrierlaboratorien findet sich am Ende dieses Kapitels. Die DAkkS/der DKD hat auch eine Richtlinie „Kalibrierung von Messmitteln für Vakuum“ herausgegeben [3].

2.1 Kapazitätsvakuummeter

Das Funktionsprinzip der Kapazitätsvakuummeter wurde in ► Abschn. 2.5.6 in Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“ erläutert. In diesem wie in

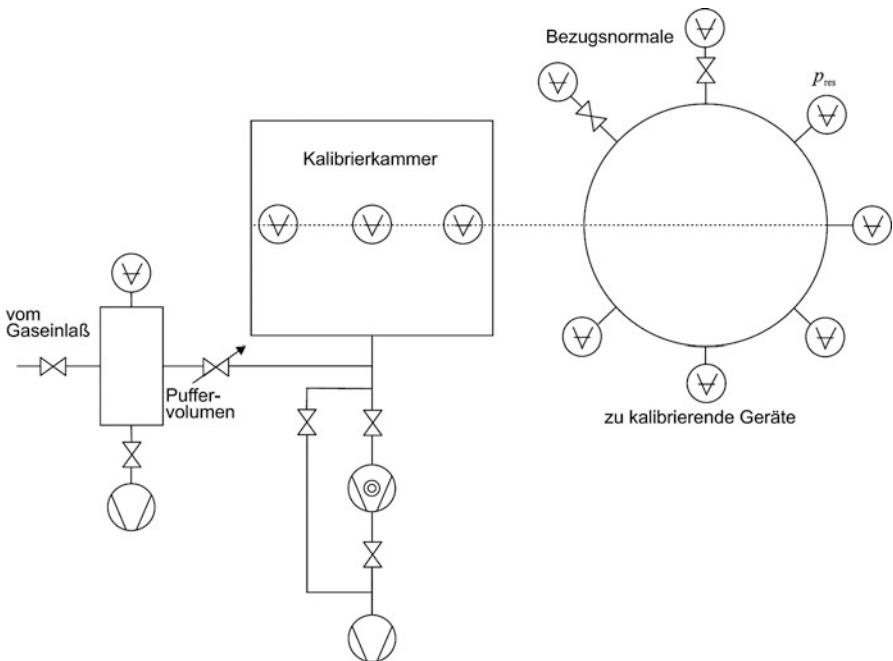


Abb. 2 Vergleichskalibriersystem für Vakuummessgeräte, welches die ISO 3567 realisiert. Die Kalibrierkammer muss mindestens zylindersymmetrisch sein, Gasein- und -auslass auf dessen Zylinderachse liegen, die Flansche für Bezugsnormale und zu kalibrierende Geräte auf einer Äquatorialebene. Das Puffervolumen dient der zeitlichen Konstanz des Gaseinlasses, ein Bypass um die Turbomolekularpumpe zum Auspumpen der Kalibrierkammer

den folgenden Abschnitten für weitere Geräte, werden lediglich die Aspekte zu einer erfolgreichen und genauen Kalibrierung der Messgeräte sowie die Maßnahmen zur Optimierung ihrer Langzeitstabilität behandelt.

Wie bereits in ► Abschn. 2.5.6 in Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“ erwähnt, gibt es zwei Arten von Kapazitätsvakuummetern: Absolute und differenzielle Aufnehmer. Im ersten Fall befindet sich die Referenzseite der Messmembran, in der der Messkondensator untergebracht ist (siehe Abb. 14 und 17 in ► Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“) in einem evakuierteren, abgeschlossenen Gehäuse, das mittels Gettermaterial auf einem Druck unterhalb der Auflösungsgrenze des Kapazitätsvakuummeters gehalten wird.

Bei den differenziellen Aufnehmern ist die Referenzseite offen, so dass sie sowohl zur Messung von Differenzdrücken als auch Absolutdrücken verwendet werden können. Im letzten Fall muss die Referenzseite von außen auf einen Druck unterhalb der Auflösungsgrenze des Geräts gepumpt werden.

Der Aufbau zur Kalibrierung als Bezugsnormale von differenziellen Kapazitätsvakuummetern ist in Abb. 3 gezeigt. Absolutdruckaufnehmer mit einem Vollausschlag von 1 kPa oder weniger sollten mit einem Ventil versehen werden, um eine Überschreitung

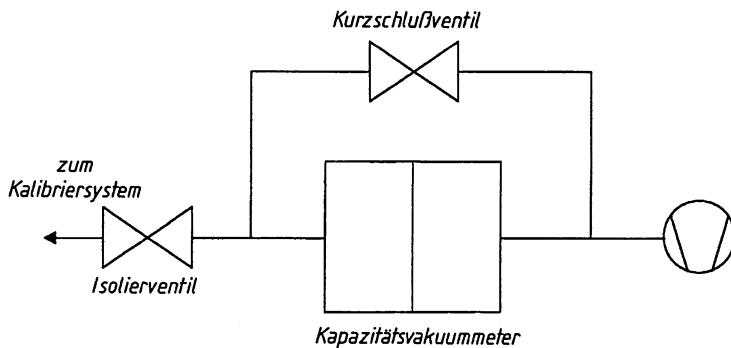


Abb. 3 Vakuumtechnischer Aufbau zur Kalibrierung von differenziellen Kapazitätsvakuummetern

des Vollausschlags, insbesondere durch den atmosphärischen Luftdruck, zu vermeiden. Solche Überlastungen können bei einigen Typen von Kapazitätsvakuummetern, insbesondere solchen mit Metallmembran, eine vorherige Kalibrierung ungültig machen.

Ein differenzieller Druckaufnehmer muss nicht ständig durch Ventile abgeschlossen sein, es ist jedoch darauf zu achten, dass beim Abbau desselben von einem Vakuumsystem beide Seiten der Messmembran gleichmäßig belüftet werden, so dass keine Überlastung der Membran während der Belüftung erfolgt. Die Messseite sollte grundsätzlich zuerst abgekoppelt werden.

Die in Abb. 3 gezeigte Installation zur Kalibrierung ermöglicht eine korrekte Nullmessung. Dazu wird das Isolierventil zur Kalibrierapparatur geschlossen und das Kurzschlussventil geöffnet, so dass beide Seiten mit der zusätzlichen Pumpe gepumpt werden.

Vor der Einstellung des ersten Kalibrierdrucks wird das Kurzschlussventil geschlossen und das Isolierventil geöffnet. Stellt sich dann ein anderer Offsetwert ein, ist je nach Ausschlagsrichtung entweder der Druck auf der Referenzseite oder der Testseite höher als der Auflösungswert des Kapazitätsvakuummeters, z. B. durch ein Leck.

Weil das Elastizitätsmodul und die innere Geometrie im Messkopf temperaturabhängig ist (es sei daran erinnert, dass Kapazitätsvakuummeter Auslenkungen von bis zu 0,5 nm auflösen), werden hochwertige Messköpfe auf einer konstanten Temperatur von etwa 45 °C gehalten, mit einer Regelschwankungsbreite von nur 0,02 °C. Die gegenüber Raumtemperatur erhöhte Temperatur T_2 des Aufnehmers führt zur thermischen Transpiration. Diese wurde im ► Abschn. 2.5.7 von Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“ behandelt.

Abb. 4 zeigt eine typische Kalibrierkurve eines Kapazitätsvakuummeters mit einem druckunabhängigen Anzeigefehler im molekularen Strömungsgebiet bei niedrigen Drücken und im viskosen Gebiet bei höheren Drücken und einem dazwischen liegenden Übergangsgebiet. Bei Helium reicht das molekulare Strömungsgebiet zu höheren Drücken als bei Stickstoff, da die mittlere freie Weglänge für Helium bei gleicher Temperatur und Druck größer ist.

Die amerikanische Vakuumgesellschaft AVS hat hilfreiche Hinweise zur Kalibrierung von Kapazitätsvakuummetern herausgegeben [4]. Wichtige Punkte sind in Tab. 1 zusammengefasst.

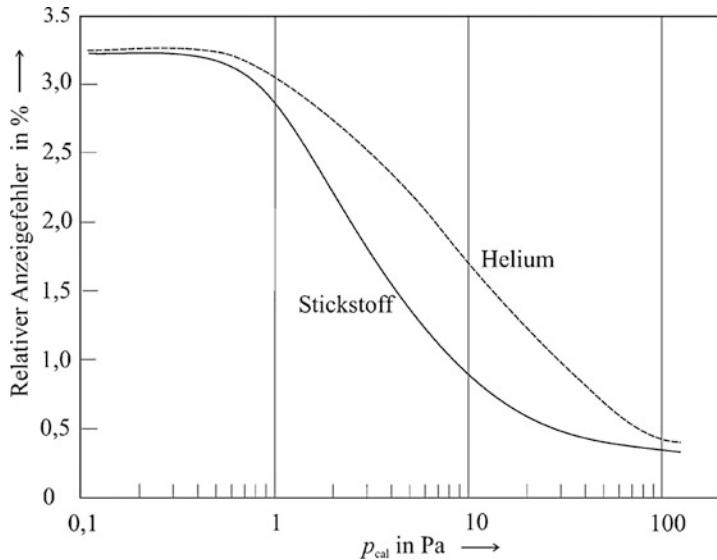


Abb. 4 Beispiel einer Kalibrierkurve für ein Kapazitätsvakuummeter (PTB)

Tab. 1 Einige wichtige Punkte, die bei der Kalibrierung von Kapazitätsvakuummetern zu beachten sind

Kalibrierungen von Kapazitätsvakuummetern

Installation:

- Vibrationsarmer Ort
- Keine starken Luftströmungen um das Gerät
- Orientierung der Membrane
- Ventil für Absolutmessköpfe bei Vollausschlag $< 100 \text{ kPa}$
- Lecktest

Vor der Kalibrierung:

- Einlaufzeit etwa 12 h
- Nullpunktseinstellung oder -messung
- Membran kurz auf Vollausschlag belasten

Während der Kalibrierung:

- Aufsteigende Druckreihenfolge
- eventuell Hysteresekontrolle
- Nullpunktkontrolle

Deinstallation:

- Isolationsventil vor Belüften schließen
- Heizung 1 h vor dem Belüften ausschalten
- Bei differenziellen Messköpfen vom Messanschluss her belüften

Der Messkopf sollte in der gleichen Lage kalibriert werden, in der er auch später benutzt wird, denn Gravitationskräfte verändern die Auslenkung der Membran. Bei differenziellen Aufnehmern sollte grundsätzlich die zur Messung vorgesehene Seite (test port) mit dem Kalibrierdruck beaufschlagt werden, weil die meisten Instrumente nur in dieser Richtung linearisiert sind und die Referenzseite (reference port) so sauber wie möglich bleiben sollte. Vibrationen und lokale Luftströme auf den Messkopf beeinträchtigen die Nullpunktstabilität.

Wegen der Thermostatisierung der Messaufnehmer sollte eine Einlaufzeit von 12 h bis 24 h vorgesehen werden und danach der Nullabgleich durchgeführt werden. Bei den meisten hochwertigen Geräten dieses Typs treten kaum signifikante Hysterese-Erscheinungen auf. Wenn jedoch solche bekannt sind, können sie durch eine Vorbelastung der Membran auf Vollausschlag vor der Kalibrierung reduziert werden.

Die Kalibrierung eines Kapazitätsvakuumeters hat das Ziel, die Anzeigeabweichung F oder den Korrekturfaktor CF festzustellen. Diese sind definiert gemäß

$$F = \frac{p_{\text{anz}} - p}{p} \quad (1)$$

und

$$CF = \frac{p}{p_{\text{anz}}} \quad (2)$$

wobei p_{anz} der angezeigte Druck des Geräts und p der eingestellte Druck ist. Werden die Spannungsausgänge benutzt, ist sinngemäß zu verfahren, eventuell mit einem Skalierungsfaktor.

Die Kalibrierung sollte vom kleinsten Druck beginnend zu hohen fortgesetzt werden. Bei jedem Punkt muss eine gewisse Zeit abgewartet werden, bis sich ein thermisches Gleichgewicht des Gases zwischen thermostatisiertem Kopf und Raumtemperatur eingestellt hat (etwa 30 s bis 60 s). Wann immer möglich, sollte der Nullpunkt des Geräts überprüft werden, im Idealfall nach jedem Messpunkt. Im Übergangsgebiet zwischen dem molekularen und viskosen Druckbereich und im molekularen Strömungsgebiet selbst muss auch die Temperatur des Gases mitprotokolliert werden. Bei erheblicher Abweichung der Temperatur von 23 °C sollte die Anzeigeabweichung F auf die korrigiert werden, die bei $T_0 = 23$ °C herrschen würde [5].

$$F(T_0) = F_{\text{vis}} + (F(T_1) - F_{\text{vis}}) \left(\frac{\sqrt{\frac{T_H}{T_0}} - 1}{\sqrt{\frac{T_H}{T_1}} - 1} \right) \quad (3)$$

Hierbei ist F_{vis} der Anzeigefehler im viskosen Strömungsbereich, T_H die Temperatur des Messkopfs (in der Regel genügt es den Nominalwert einzugeben) und T_1 die Temperatur, bei der kalibriert wurde. Diese Gleichung ermöglicht auch, F für jede andere Messtemperatur T umzurechnen, indem T_0 durch T ersetzt wird.

Der Korrekturfaktor CF kann im molekularen Strömungsgebiet gemäß

$$CF(T_0) = CF(T_1) \sqrt{\frac{T_1}{T_0}} \quad (4)$$

umgerechnet werden. Im Übergangsgebiet hängt das Verhältnis $CF(T_0)/CF(T_1)$ auch vom Druck ab und es kann eine Näherung wie für $F(T_0)$ in Gl. 3 angegeben werden, indem F durch CF ersetzt wird.

Die relativen Unsicherheiten der Anzeigen von Kapazitätsvakuummetern sind im oberen Druckbereich (>5 kPa) wesentlich durch die Wiederholbarkeit ihrer Anzeige, im mittleren Druckbereich (0,1 Pa–5 kPa) durch die Unsicherheiten der erzeugten oder gemessenen Drücke des Primärnormals, darunter durch die Nullpunktstabilität der Kapazitätsvakuummeter bestimmt. Sie reichen typischerweise von 0,3 % bei 0,1 Pa bis 0,01 % bei 100 kPa (95 % Vertrauensintervall).

Die Langzeitstabilitäten von Kapazitätsvakuummetern, wie generell von Vakuummetern, sind recht individuell und müssen durch Rekalibrierungen (etwa einmal pro Jahr) über lange Zeiträume abgeschätzt werden. Die Änderungen verlaufen meist sprungartig, aber auch als ständige Drift. Sie hängen bei Kapazitätsvakuummetern vom Vollausschlag ab. Im viskosen Strömungsgebiet sind die Langzeitstabilitäten in der Regel besser. Für ein Gerät mit 133 kPa bis 13 kPa Vollausschlag muss man im viskosen Bereich mit Langzeitinstabilitäten von etwa 0,1 % pro Jahr, für 1 kPa und 100 Pa mit 0,3 %–0,4 % pro Jahr rechnen, bei neueren Kapazitätsvakuummetern mit Keramikmembran mit 0,1 %–0,2 %.

2.2 Gasreibungsvakuummeter

Das Messprinzip der Gasreibungsvakuummeter wurde in ► Abschn. 3 in Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“ im Detail behandelt. Die Größe, die bei einer Kalibrierung bestimmt wird, ist der effektive Impulsakkomodationsfaktor σ_{eff} (Gl. 18 ► Abschn. 3 in Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“). Dieser hängt von der Art der Oberfläche wie von ihrer Rauigkeit ab. Je rauer die Kugel, desto größer σ_{eff} .

Hervorzuheben ist, dass das Gasreibungsvakuummeter das einzige Vakuummessgerät unter 10 Pa ist, das auch ohne jegliche Kalibrierung recht genaue Absolutwerte des Drucks liefert: Verwendet man eine unbehandelte, blanke Edelstahlkugel, so ergibt sich eine Schwankungsbreite von σ_{eff} von etwa 1,5 % (68 % Häufigkeitsintervall) [6] (siehe Abb. 27 in ► Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“). Das heißt, wenn die anderen charakteristischen Größen des Rotors wie Durchmesser und Dichte bekannt sind, können mit etwa dieser Unsicherheit auch Drücke gemessen werden. Weitere Vorteile des Gasreibungsvakuumeters gegenüber Vakuummessgeräten im gleichen Druckbereich sind seine Inertheit (es werden weder Moleküle gepumpt noch irgendwie zerstört oder Ausgasungen erzeugt), die Neutralität gegenüber dem thermischen Transpirationseffekt und seine Langzeitstabilität. Diese Vorteile prädestinieren es zur Verwendung als Sekundär- oder

Bezugsnormal. Als Nachteil muss allerdings eine relative lange Messzeit in Kauf genommen werden (bei sehr niedrigen Drücken bis zu 5 min pro Druckpunkt).

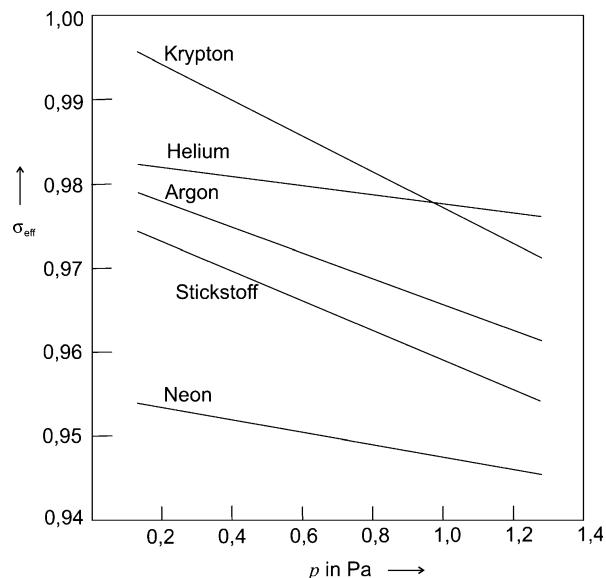
Gasreibungsvakuummeter können im Druckbereich von einigen 10^{-4} Pa bis 1 Pa als Normale verwendet werden. Bei niedrigeren Drücken werden die Schwankungen der Restabbremsung zu groß, bei Drücken > 1 Pa verursacht die Gasreibung zu große Temperaturänderungen im Messsystem. Der Impulsakkommodationsfaktor σ_{eff} kann im Wesentlichen auf zwei Arten bestimmt werden:

1. Das Gasreibungsvakuummeter wird einem Druck von etwa 0,01 Pa ausgesetzt und seine Anzeige p_{anz} ins Verhältnis zum tatsächlichen Druck p gesetzt. Wenn in das Betriebs- und Anzeigegerät alle Werte wie Durchmesser und Dichte der Kugel, Temperatur und Offset sowie $\sigma_{\text{eff}} = 1$ eingegeben wurden, ergibt sich σ_{eff} aus (siehe Gl. 18, ► Kap. 24, „Vakummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“)

$$\sigma_{\text{eff}} = \frac{p_{\text{anz}}}{p} \quad (5)$$

2. Die andere Möglichkeit nutzt die Tatsache aus, dass σ_{eff} bei Drücken bis herauf zu etwa 2 Pa linear mit dem Druck abnimmt [7], wenn keine Viskositätskorrektur durch das Betriebsgerät vorgenommen wird (Viskosität = 0 eingegeben). Bestimmt man σ_{eff} bei mehreren Drücken zwischen 0,1 Pa und 1 Pa, so kann $\sigma_{\text{eff}}(p)$ nach $p \rightarrow 0$ extrapoliert werden. Ein Beispiel für eine solche Kalibrierung ist in Abb. 5 gezeigt. Der Vorteil dieser Kalibrierart ist, dass höhere Drücke mit geringerer Unsicherheit dargestellt werden können und dadurch die Bestimmung von σ_{eff} genauer ist.

Abb. 5 Effektiver Akkommodationsfaktor σ_{eff} (Gl. 5) der Kugel eines Gasreibungsvakuummeters für mehrere Gasarten gemäß einer PTB-Kalibrierung. σ_{eff} hängt bis etwa 2 Pa linear vom Druck ab



Tab. 2 Einige wichtige Punkte, die bei der Kalibrierung von Gasreibungsvakuummetern zu beachten sind

Kalibrierungen von Gasreibungsvakuummetern (SRG)
• Keine starken Vibrationen
• Stabile Temperatur um den Messkopf
• Ausheizen kann Akkommodationsfaktor verändern
• Einlaufzeit mindestens 6 h
• Frequenzabhängigkeit der Restabremsung (besonders bei niedrigen Drücken relevant)
• Beim Transport: Kugel rollt und korrodiert nicht

Tab. 2 listet wichtige Punkte auf, die bei der Kalibrierung eines Gasreibungsvakuummeters zu beachten sind.

Vibrationen am Messsystem sind zu vermeiden. Sie vergrößern die Messunsicherheit erheblich. Wegen der in ► Abschn. 3 in Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“ erwähnten Temperatureinflüsse durch das erste Hochfahren der Kugel, muss nach Inbetriebnahme des Gasreibungsvakuummeters wenigstens 6 h abgewartet werden, bis mit einer Kalibrierung begonnen wird. Temperaturdriften um das Messsystem herum sind generell zu vermeiden.

Es wurde bereits erwähnt, dass die Anzeige des Gasreibungsvakuummeters gegenüber dem thermischen Transpirationseffekt indifferent ist. Dies ist leicht einzusehen, weil die Gleichgewichtsbedingung zur Berechnung des Effekts die ist, dass gleich viele Moleküle in das Volumen mit höherer Temperatur eintreten wie auch wieder austreten. Da das Gasreibungsvakuummeter die Auftrittsrate von Molekülen misst, ist dessen Anzeige unabhängig von einer nur lokalen Temperaturerhöhung. Daraus folgt, dass die in das Betriebsgerät einzugebende Temperatur nicht die lokal (z. B. am Messfinger) gemessene, sondern die in der großen Kalibrierkammer herrschende Durchschnittstemperatur ist.

Bei der Benutzung des Gasreibungsvakuummeters als Normal ist bei niedrigen Drücken darauf zu achten, dass die Restabremsung von der Frequenz der rotierenden Kugel abhängen kann (Abb. 26 ► Abschn. 3.3 in Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“). Diese Abhängigkeit sollte entweder vor einer Messung bestimmt werden oder die Restabremsung unmittelbar vor und nach einem Messpunkt ermittelt werden.

Zur Erreichung einer guten Langzeitstabilität muss alles, was die Oberfläche der Kugel verändern könnte, vermieden werden. Reibung kann die Rauigkeit vergrößern oder verkleinern, so dass die Kugel während eines Transports vor dem Herumrollen gesichert sein sollte. Werden Stahlkugeln verwendet, müssen Korrosionserscheinungen vermieden werden. Es ist prinzipiell ratsam, die Kugel unter Vakuum zu transportieren. Beide Anforderungen können von einem von *Röhl* und *Jitschin* vorgeschlagenen Transportsystem [8] erfüllt werden. Auch Ausheizen der Kugel unter Vakuum kann den Wert von σ_{eff} um bis zu 2 % verändern.

Die relative Unsicherheit von σ_{eff} bei einer Kalibrierung beträgt typisch 0,3 % (95 % Vertrauensintervall), die Langzeitinstabilität eines ordnungsgemäß behandelten Rotors über eine Einjahresperiode liegt bei 0,3 % bis 0,5 %. Zuweilen können

jedoch Sprünge um 1 % auftreten. Für ein zum ersten Mal kalibriertes Gasreibungs-vakuummeter sollte eher dieser Wert verwendet werden.

2.3 Ionisationsvakuummeter

Messprinzip und Ausführungsformen von Ionisationsvakuummetern wurden in ► Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“ vorgestellt. Obwohl Ionisationsvakuummeter viele metrologische Nachteile besitzen, unter anderem mäßige Reproduzierbarkeit und Langzeitstabilität, gibt es bei Drücken $<10^{-4}$ Pa keine Alternative zu ihrer Verwendung als Sekundärnormale. Bisher wurden nur Ionisationsvakuummeter mit emissiver Kathode als Referenznormale verwendet.

Bei Ionisationsvakuummetern kann im Prinzip die Vakuummeterkonstante S (siehe Gl. 5 in ► Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“) bei einer Kalibrierung bestimmt werden. Voraussetzung dafür ist jedoch, dass der Ionenstrom und der Emissionsstrom mit hochwertigen, kalibrierten Elektrometern gemessen werden und die Emissionsstromverteilung entlang der Kathode bei der Kalibrierung und bei der weiteren Verwendung als Normal exakt gleich ist.

Der letzte Punkt ist besonders schwer zu realisieren. Deswegen ist man von der Kalibrierung der Vakuummeterkonstante zunehmend abgegangen und betrachtet stattdessen Messkopf, Kabel sowie Betriebs- und Anzeigegerät als eine Kalibrier-einheit. Da dann auf die elektrische Kalibrierung verzichtet werden kann, bringt dies auch einen Kostenvorteil. Diese Geräteeinheit wird dann wie in den Gl. 1 und 2 entweder auf Anzeigefehler F oder Korrekturfaktor CF kalibriert.

Allerdings sind die in den Anzeigegeräten verwendeten Elektrometer meist von nicht allzu hoher Qualität und es ist zu beobachten, dass F bzw. CF sich von Dekade zu Dekade ändern, weil die entsprechenden Messwiderstände nicht genau genug sind. Verwendet man dagegen ein hochwertiges Elektrometer als Ionenstrommess-gerät, verschwinden diese Abhängigkeiten.

In einem Ionisationsvakuummeter wird die Gasdichte gemessen, jedoch der Druck angezeigt. Bei hohen Genauigkeitsanforderungen muss deswegen die Temperatur berücksichtigt werden. Durch die Glühkathode ist die Temperatur im Mess-kopf stark erhöht gegenüber der der Kalibrierkammer,¹ so dass auch der thermische Transpirationseffekt eine Rolle spielt. Ist allerdings die Wärmeableitung vom Mess-kopf zum jeweiligen Vakumsystem gleich, wird dieser Effekt in die entsprechende Kalibriergröße „einkalibriert“. Die Temperaturkorrekturen können wie folgt vorge-nommen werden [5, 9]:

¹Die Temperaturerhöhung hängt vor allem von der Heizleistung der Kathode und von der Art des Gehäusekörpers ab und kann 30 K betragen, bei einer Glashülle auch 40 K [10]. Es gibt Hinweise, dass die Temperatur der Gasmoleküle im Ionisationsvakuummeter sehr viel höher ist [10].

$$F(T_0) = \frac{p_{\text{anz}} \frac{T_K}{T_0} - p_K}{p_K} \quad (6)$$

Hierbei ist p_K der im Kalibriersystem bei der Temperatur T_K erzeugte Druck, p_{anz} der bei T_K angezeigte Druck und T_0 die gewünschte Bezugstemperatur, in der Regel 23 °C. Der geänderte Korrekturfaktor $CF(T_0)$ ist

$$CF(T_0) = CF(T_K) \frac{T_0}{T_K} \quad (7)$$

Für die Vakuummeterkonstante S gilt:

$$S(T_0) = S(T_K) \frac{T_K}{T_0} \quad (8)$$

Bei der Kalibrierung von Ionisationsvakuummetern als Sekundärnormale ist Folgendes zu beachten (Tab. 3):

Die Potenzialverteilung im Messkopf wird von den umgebenden, geerdeten Wänden beeinflusst. Wenn ein Einbaumesssystem als Sekundärnormal kalibriert wird, sollte es daher fest in ein Rohrstück eingebaut werden. Es sind auch kommerzielle Bayard-Alpert-Röhren erhältlich, die vollkommen in einem Rohrstück eingetaucht sind. Um das Ionisationsvakuummeter auch unter Vakuum zu transportieren, kann das Rohrstück mit einem UHV-Ventil versehen werden. Die Geometrie der Elektrodenanordnung beeinflusst die Potenzialverteilung und die Elektronenbahnen. Deswegen sollte das Ionisationsvakuummeter in einer festgelegten Orientierung kalibriert und benutzt werden, damit der Einfluss der Schwerkraft auf die Geometrie der Elektroden jeweils der gleiche ist.

Weil der Ionenstrom auch wesentlich vom Zustand der Elektrodenoberflächen abhängt (z. B. durch die Sekundärelektronenausbeute) [10–12], sollten die Elektrodenoberflächen grundsätzlich so sauber wie möglich sein, um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten. Dazu wird das Ionisationsvakuummeter ausgeheizt und anschließend im „Entgasungsmodus“ (Degas) betrieben: Die Kathode wird durch

Tab. 3 Einige wichtige Punkte, die bei der Kalibrierung von Ionisationsvakuummetern zu beachten sind

Kalibrierungen von Ionisationsvakuummetern
• Röhre am besten in einem festen Rohrstück eingebaut
• Betriebsgerät und Messkopf = Messeinheit
• Orientierung des Messkopfes
• Einlaufzeit 12 h
• Entgasen durch Elektronenbombardement
• Reinigen des Ionenkollektors durch Betrieb bei „höherem“ Druck
• Restanzeige messen
• Aufsteigende Druckreihenfolge

Aufheizen auf eine wesentlich höhere Temperatur als beim Betrieb gereinigt und die Anode durch gleichzeitiges Elektronenbombardement.

Der Ionenkollektor sollte anschließend durch Ionenbombardement gereinigt werden, indem die Röhre bei hohem Argondruck (10^{-3} – 10^{-2} Pa) für etwa 1 h betrieben wird [13]. Nach diesen Vorbereitungen muss das Ionisationsvakuummeter etwa 12 h im normalen Betriebsmodus einlaufen. Der Restgasdruck im Kalibriersystem sollte zumindest eine Größenordnung unter dem kleinsten Kalibrierdruck liegen. Diese Forderung kann allerdings bei Kalibrierungen von 10^{-9} Pa oder darunter nicht eingehalten werden. Grundsätzlich sollte das Signal beim Restdruck von der Anzeige beim jeweiligen Kalibrierdruck abgezogen werden, wenn es relevant ist.

Obwohl es im Prinzip möglich ist, ein Ionisationsvakuummeter für ein Gas zu kalibrieren und bei Verwendung einer anderen Gasart einen Skalierungsfaktor zu benutzen, der die unterschiedliche differenzielle Ionisierung berücksichtigt, haben Untersuchungen gezeigt [14, 15] dass dieses Verfahren bei hohen Genauigkeitsanforderungen (Unsicherheit < 10 %) unzureichend ist. Selbst für Isotope derselben Gasart, z. B. Wasserstoff und Deuterium, sind signifikante Unterschiede in S beobachtet und erklärt worden [12] (siehe ▶ Abschn. 6 in Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“).

Ionisationsvakuummeter sollten mit 3 Punkten pro Messdekade in aufsteigender Drucksequenz kalibriert werden. Auch die Vakuummeterkonstante hängt vom Druck ab (die Änderungen betragen typischerweise einige Prozent über mehrere Dekaden), selbst unterhalb von 10^{-3} Pa [16]. Die Unsicherheit der Kalibrierung der Anzeige und auch der Vakuummeterkonstante eines Ionisationsvakuummeters hängt vom Druck ab und beträgt etwa 40 % bei 10^{-10} Pa, 2 %-3 % bei 10^{-6} Pa und 0,5 %-1 % bei 10^{-2} Pa.

Die Langzeitinstabilität eines Ionisationsvakuummeters hängt vom speziellen Gerät und seinem Gebrauch ab [17]. Für ein hochwertiges Gerät, das nur unter reinen Bedingungen als Bezugsnormal verwendet wird, kann der Wert mit 3 %-6 % über einen Einjahreszeitraum abgeschätzt werden [18], jedoch werden zum Teil nach in der PTB durchgeföhrten Messungen auch 1 % erreicht.

3 Kalibrierungen von Partialdruckmessgeräten

Partialdruckmessgeräte (▶ Kap. 26, „Partialdruckmessung“) werden für die qualitative und quantitative Gasanalyse in Industrie und Forschung eingesetzt. Besonders in der Mikroelektronikindustrie ist ihre Messrichtigkeit von erheblicher wirtschaftlicher Bedeutung. Bei den heutigen Integrationsdichten ist die Reinheit der Prozessgase eine wesentliche Voraussetzung für eine erfolgreiche Produktion.

Bei den Partialdruckmessgeräten dominieren heute die Quadrupol-Massenspektrometer (▶ Abschn. 2 in Kap. 26, „Partialdruckmessung“) mit etwa 95 % den Markt [19], so dass im Folgenden nur von diesem Typ die Rede sein wird. Der Notwendigkeit, verlässliche Aussagen bei der Reinheitsanalyse zu machen, stehen relativ bescheidene metrologische Eigenschaften gegenüber:

Es ist nicht möglich, Quadrupol-Massenspektrometer so zu kalibrieren, dass eine quantitative Interpretation jedes Massenspektrums möglich ist. So kann die Empfindlichkeit K_i (Gl. 3 in ▶ Kap. 26, „Partialdruckmessung“) für eine Gasart erheblich

von der Anwesenheit anderer Gasarten mit höheren Drücken abhängen [20]. Der Grund ist, dass Raumladungseffekte in der Ionenquelle die Wahrscheinlichkeit für die Ionenextraktion ändern und Stöße zwischen Ionen und Neutralteilchen durch Ladungsübergang das Verhältnis der Ionenarten verändern können.

Stabilitätsuntersuchungen an Quadrupol-Massenspektrometern haben gezeigt, dass sich die Empfindlichkeiten über einen Zeitraum von 220 Tagen mit einem Faktor 2 ändern können [20]. Dabei wurden Ionenauffänger nach dem Faraday-Prinzip benutzt. Die Verwendung von Elektronenvervielfachern verschärft das Problem durch die Änderung der Elektronenvervielfachung durch Alterung und nach Ausheizzyklen [21]. Ein weiteres Problem ist die Ausgasung der Massenspektrometer selbst. Viele der in einem Restgasspektrum vorhandenen Komponenten werden vom Messgerät selbst erzeugt. In mehreren Untersuchungen wurde gezeigt, dass Gase wie Methan, Wasser, Kohlenmonoxid und Kohlendioxid durch Einlass von Wasserstoff erzeugt wurden [22–24].

Aus diesen Gründen werden Massenspektrometer in der Regel nicht an Primärnormalen kalibriert, es steht jedoch seit einiger Zeit ein solches zur Verfügung [25].

Die einfachste Kalibriermethode eines Massenspektrometers ist die mit einem kalibrierten Ionisationsvakuummeter. Dessen Anzeige ist wesentlich stabiler und hat eine größere Wiederholbarkeit und Linearität [20]. Die Empfindlichkeit K_i für die Gasart i wird aus

$$K_i = \frac{I_A - I_0}{p_i - p_0} \quad (9)$$

bestimmt, wobei I_A und p_i den Ionenauffängerstrom und den mit dem Ionisationsvakuummeter gemessenen Druck nach dem Gaseinlass bezeichnen und I_0 und p_0 der Ionenauffängerstrom und die Druckanzeige (als Äquivalent der betreffenden Gassorte i) vor dem Gaseinlass sind. Es ist mit dieser Methode auch möglich, Gasgemische mit kleineren Anteilsverhältnissen von 1 : 1 bis 1 : 10 zu kalibrieren, wenn die Gase nacheinander und getrennt eingelassen werden können, weil Ionisationsvakuummeter unterhalb 10^{-3} Pa linear auf das Zufügen einer weiteren Gaskomponente reagieren. Beim Aufbau eines solchen Vergleichssystems gelten die in Abschn. 2 genannten Regeln.

Eine weitere Möglichkeit ist die Kalibrierung durch Vergleich mit einem Gasreibungsvakuummeter. Der Überschneidungsbereich beider Geräte von etwa 10^{-4} Pa– 10^{-2} Pa fällt jedoch in den Bereich, in dem die Anzeige des Quadrupol-Massenspektrometers erheblich von Raumladungseffekten und Nichtlinearitäten geprägt ist, so dass eine Extrapolation zu niedrigeren Drücken in der Regel nicht möglich ist.

Statt Totaldruckmessgeräten können auch Testlecke [25] und Kapillarlecks zur Kalibrierung eingesetzt werden [26]. Wenn Gasflussrate und effektives Saugvermögen der Kalibrierkammer bekannt sind, können die Partialdrücke berechnet werden [25]. Diese Methode wird vor allem benutzt, wenn ein Spurengas in einem Trägergas kalibriert werden soll. Dabei wird der Druck des Trägergases mit einem Ionisationsvakuummeter gemessen. Oft werden kalibrierte Kapillarlecks auch benutzt, um mit Kapazitätsvakuummetern bei relativ hohen Drücken Gasmischungen im Vorratsbehälter einzustellen. Steht kein kalibriertes Leck zur Verfügung, kann auch ein Sekundärnormal dazu benutzt werden, um den Differenzdruck über einem Leck oder einem kleinen Leitwert zu messen (Abb. 6).

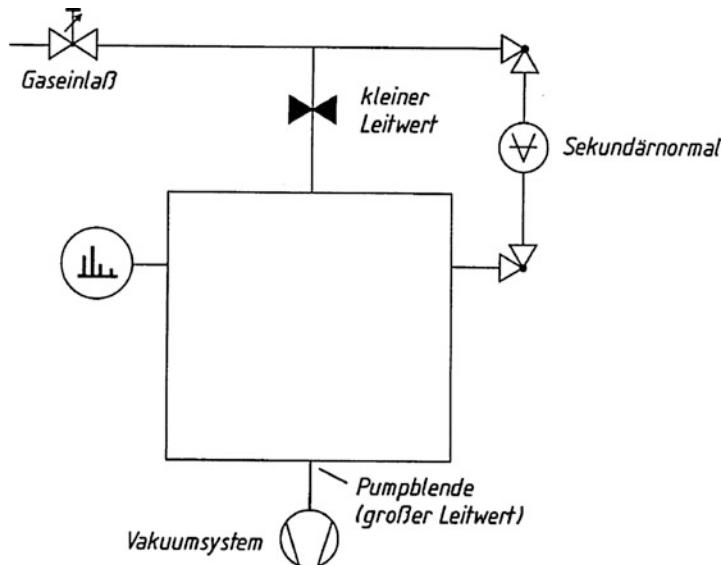


Abb. 6 Kalibrierung eines Partialdruckmessgeräts mittels eines bekannten kleinen Leitwerts und eines Sekundärnormals, das die Druckdifferenz über dem Leitwert misst

Bei diesem Verfahren muss das Druckverhältnis unabhängig vom Druck und der Gasart sein, d. h., die Strömung durch das Leck muss molekular sein. Werden Leckventile benutzt, muss darauf geachtet werden, dass ihr Leitwert stabil ist. Einlaufzeiten von mehreren Stunden können erforderlich sein.

Ein Komitee der Amerikanischen Vakuumgesellschaft (AVS) hat auch hier Empfehlungen zur Kalibrierung von Massenspektrometern veröffentlicht [27], eine ISO-Richtlinie ist in Arbeit (Stand 2017, ISO PDTS 20175). Tab. 4 listet zusammenfassend wichtige Punkte auf, die bei einer Kalibrierung zu beachten sind. Besonders sei darauf hingewiesen, dass die Spannungseinstellungen, Auflösung usw. die Empfindlichkeitswerte wesentlich beeinflussen und unbedingt während der Kalibrierung protokolliert werden müssen.

Die relativen Unsicherheiten bei der Bestimmung von ε_i für festgelegte Gasgemische liegen kaum unter 10 %. Nur bei häufiger in-situ-Kalibrierung von Partialdruckmessgeräten können kleinere Unsicherheiten erreicht werden.

4 Kalibrierungen von Standardlecks

Im ► Kap. 27, „Leckdetektoren“ wurde bereits auf den Aufbau und die Verwendung von Standardlecks (Testlecks) eingegangen. Testlecks liefern bei konstanter Temperatur einen konstanten Gasfluss, meist aus Helium, weil Lecksuchgeräte mit Helium kalibriert werden. Diese Heliumtestlecks basieren zum größten Teil auf dem Permeationsprinzip (► Abschn. 5.1 in Kap. 27, „Leckdetektoren“). Kapillarlecks (► Abschn. 5.2 in Kap. 27, „Leckdetektoren“) können mit allen Gasen benutzt werden, die die Kapillare nicht zusetzen oder mit ihnen chemisch reagieren.

Tab. 4 Einige wichtige Punkte, die bei der Kalibrierung von Quadrupol-Massenspektometern zu beachten sind

Kalibrierungen von Quadrupol-Massenspektometern
• Für UHV:
– Reinheit des Messkopfes und Kalibriersystems
– Sorgfältiges Ausheizen
– Untergrundpartialdruck <10-mal Kalibrierdruck
• Vor der Kalibrierung:
– Erdung
– Einlaufzeit 6 h
– Einstellungen optimieren (Auflösung, Durchlaufgeschwindigkeit, Ionenenergie etc.)
– Form und Wiederholbarkeit der Massenpeaks
• Während der Kalibrierung:
– Alle Einstellungen protokollieren
– Untergrundmessung
– Messung der Schwankungen des Untergrunds
– Ausgasung des Massenspektrometers
– Fragmentierung der Moleküle
– Linearität
– Abhängigkeit der Empfindlichkeit vom Totaldruck und Gaszusammensetzung

Beide Arten von Lecks sind temperaturabhängig, Kapillarlecks allerdings in einem in der Regel zu vernachlässigenden Maße. Ein Permeationsleck ändert sich um 23 °C typischerweise mit 3 bis 4 %/°C, so dass es während einer Kalibrierung auf etwa 0,1 °C stabilisiert werden sollte.

Für Anwender von Testlecks ist es oft bequem, die Größe des Gasflusses bei einer festgelegten Temperatur des Permeationslecks oder der Kapillare als pV -Durchfluss q_{pV} in der Einheit Pa L/s zu erhalten. Diese Größe ist jedoch unvollständig als Charakterisierung, wenn nicht gleichzeitig die Temperatur T angegeben wird, bei der der pV -Durchfluss gemessen wurde. Wenn hingegen als Gasfluss der molare Fluss q_ν , die Zahl der Mole, die pro Zeiteinheit aus dem Leck austreten, angegeben wird, ist diese Information überflüssig.

Die beiden Größen lassen sich folgendermaßen umrechnen:

$$q_\nu = \frac{d\nu}{dt} = \frac{q_{pV}}{RT} = \frac{d(pV)}{dt}/RT \quad (10)$$

Es wird daher empfohlen [28–30], die Größe q_ν für ein Testleck anzugeben.

Aus der letzten Gleichung lassen sich durch weitere Ausformung bereits die grundsätzlichen Kalibriermethoden erkennen:

$$q_\nu = \frac{p \frac{dV}{dt} + V \frac{dp}{dt}}{RT} \quad (11)$$

- Der Druck wird konstant gehalten, so dass der zweite Term Null ist.
- Das Volumen wird konstant gehalten, so dass der erste Term Null ist.

Da Gasdosiersysteme nach dem gleichen Prinzip arbeiten, ist es möglich, Testlecks zu kalibrieren, indem deren Gasfluss mit dem eines Gasdosiersystems verglichen wird. Als Vergleichsindikator dient dabei ein auf das betreffende Gas eingesetztes Partialdruckmessgerät, das nicht kalibriert sein muss. Das Messschema ist in Abb. 7 gezeigt.

Ähnlich wie beim Vorgehen für die Kalibrierkammer beim kontinuierlichen Expansionsverfahren oder Vergleichsverfahren, muss auch hier darauf geachtet werden, dass das Partialdruckmessgerät nicht von einem der Gasflüsse direkt erfasst wird, sondern symmetrisch zu beiden Quellen aufgebaut ist oder anderweitig gewährleistet ist (z. B. durch Winkel und längere Rohrstücke), dass gleiche Gasflüsse von beiden Quellen gleiche Signale auf dem Vergleichsindikator liefern.

Wenn ein Gasdosiersystem nach der Methode des konstanten Leitwerts betrieben wird (► Abschn. 7 in Kap. 28 „Primärnormale für das Vakuum“), können Testlecks bis herunter zu 10^{-15} mol/s ($2 \cdot 10^{-9}$ Pa L/s bei 23°C) kalibriert werden. Steht kein Gasdosiersystem zur Verfügung, muss die konstante Druckmethode oder die konstante Volumenmethode direkt angewandt werden.

Methode des konstanten Drucks

Der dazu notwendige Messaufbau ist in Abb. 8 dargestellt.

Das Gas vom Testleck wird in ein Volumen V_1 eingelassen, bis ein gewisser Druck p_1 , der mit einem Sekundärnormal gemessen wird, erreicht ist. Durch Öffnen eines Ventils zu dem vorher evakuierten Volumen V_2 sinkt der Druck. Die Zeit t_1 bis zum Wiedererreichen von p_1 wird gemessen, so dass die Flussrate gegeben ist durch

$$q_\nu = \frac{\frac{p_1 V_2}{t_1}}{RT} \quad (12)$$

Anstatt des festen Volumens V_2 kann auch ein Kolben-Zylindersystem verwendet werden [30] und hier, ähnlich wie beim Gasdosiersystem, die für einen konstanten Druck notwendige Volumengeschwindigkeit gemessen werden.

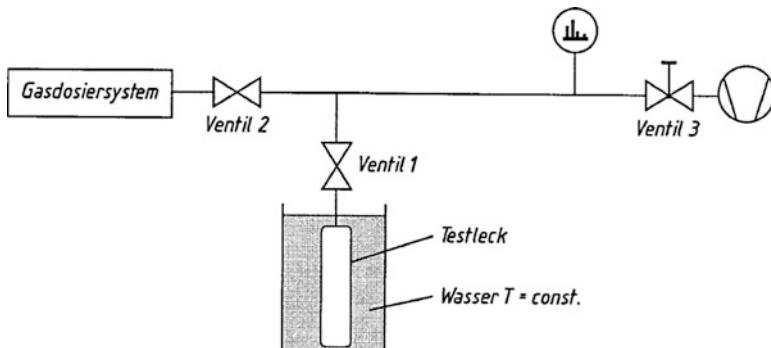
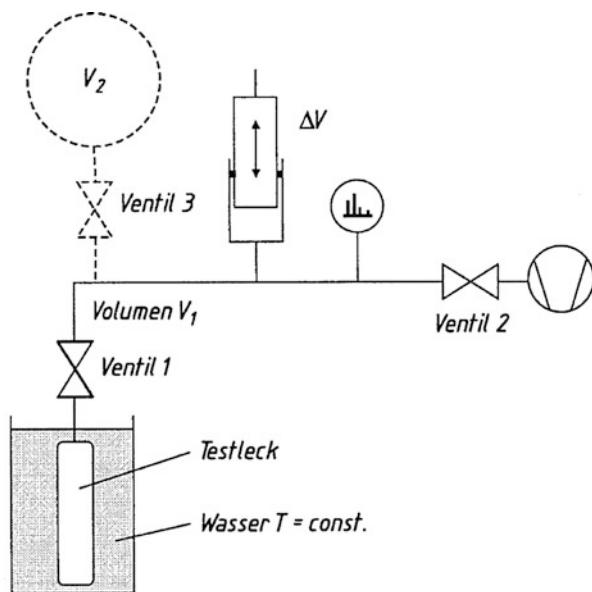


Abb. 7 Messaufbau zur Kalibrierung eines Testlecks durch Vergleich mit einem Gasdosiersystem

Abb. 8 Kalibrierung eines Testlecks mit Hilfe der Methode des konstanten Drucks mittels eines Behälters bekannten Volumens (punktiert gezeichnet) oder alternativ mittels eines veränderbaren Volumens (Kolben-Zylindersystem AV)



Methode des konstanten Volumens

Wird der Druckanstieg durch das Testleck in einem nicht zu kleinen Volumen ($\geq 50 \text{ cm}^3$) gemessen, kann q_ν gemäß dem zweiten Term in Gl. 11 berechnet werden. Bei langen Messzeiten von einigen Wochen können Flussraten bis herunter zu 10^{-18} mol/s gemessen werden. Hierbei sind jedoch viele mögliche Störeffekte, wie generell bei Testleckmessungen, zu berücksichtigen:

- Adsorption und Desorption an den Wänden
- Ausgasen der Kammerwände
- Lecks des Messsystems
- Temperaturdrift
- Instabilität und Drift des Untergrundsignals
- Pump- und Ausgasungseffekte des Vakuummessgeräts

Aufgrund des letzten Punktes werden für diese Messungen bevorzugt Gasreibungsvakuummeter eingesetzt.

Wenn Permeationslecks längere Zeit durch ein Ventil geschlossen waren, baut sich auf der Niederdruckseite des Lecks ein Druck auf, der den Konzentrationsgradienten im Permeationsmaterial vermindert. Wird das Ventil geöffnet, dauert es eine gewisse Zeit, bis wieder ein stationäres Gleichgewicht unter den neuen Bedingungen herrscht.

Adressen der Kalibrierlaboratorien

1. Physikalische Technische Bundesanstalt,
AG Vakuummetrologie,

- Abbestr. 2–12, 10587 Berlin,
Tel. 030-3481-7262.
2. Kalibrierlaboratorien für Vakuummessgeräte, DAkkSakkreditiert (früher DKD),
in Deutschland:
- a. Endress + Hauser GmbH + Co,
Herr Thomas Schwörer,
Hauptstr. 1,
76689 Maulburg,
Tel. (07622) 28-1756
 - b. Technische Hochschule Mittelhessen,
Fachbereich MNI, Vakuumlabor, Prof. Krempel-Hesse,
Wiesenstr. 14, 35390 Gießen,
Tel. (0641) 309-2325.
 - c. Leybold GmbH,
Herr Hans-Günter Eichner,
Bonner Str. 498, 50968 Köln,
Tel. (0221) 347-1011
 - d. MKS Instruments Deutschland GmbH,
Herr Alexander Mahr,
Schatzbogen 43, 81829 München,
Tel. (089) 420008-0
 - e. VACUUBRAND GMBH + CO,
Herr Dr. Jürgen Breitenbach,
Alfred-Zippe-Str. 4, 97877 Wertheim,
Tel. (09342) 808-341

Literatur

1. Jousten, K., Röhl, P.: Instability of the spatial electron current distribution in hot cathode ionization gauges as a source of sensitivity changes. *J. Vac. Sci. Technol. A* **13**, 2266–2270 (1995)
2. ISO 3567: Vacuum technology – vacuum gauges – calibration by direct comparison with a reference gauge (2011)
3. Richtlinie DKD-R 6-2: Kalibrierung von Messmitteln für Vakuum, 03/2002, Teil 1 Grundlagen, Teil 2 Messunsicherheiten, Teil 3 Elektrische Membranvakuummeter, Teil 4 Ionisations-Vakuummeter, Teil 5 Wärmeleitungs-Vakuummeter, zu beziehen durch die DAkkS, Bundesallee 100, 38116 Braunschweig (2002)
4. Hyland, R.W., Shaffer, R.L.: Recommended practices for the calibration and use of capacitance diaphragm gages as transfer standards. *J. Vac. Sci. Technol. A* **9**, 2843 (1991)
5. Jousten, K.: Temperature corrections for the calibration of vacuum gauges. *Vacuum* **49**, 81–87 (1998)
6. Dittmann, S., Lindenau, B., Tilford, C.R.: The molecular drag gauge as a calibration standard. *J. Vac. Sci. Technol. A* **7**, 3356–3360 (1989)
7. Messer, G., Röhl, P.: Druckabhängigkeit der Koeffizienten für den tangentialen Impulstausch an Gasreibungsmanometer-Kugelrotoroberflächen. *PTB Jahresbericht* 226 (1984)
8. Röhl, P., Jitschin, W.: Performance of the spinning rotor gauge with a novel transport device as a transfer standard for high vacuum. *Vacuum* **38**, 507 (1988)

9. Abbot, P.J., Looney, J.P., Mohan, P.: The effect of ambient temperature on the sensitivity of hot-cathode ionization gauges. *Vacuum* **77**, 217–222 (2005)
10. Becker, H.U., Messer, G.: Sensitivity dependence on collector surface properties in ion gauges. *Vide Suppl.* **201**, 234–237 (1980)
11. Grosse, G., Harten, U., Jitschin, W., Gentsch, H.: Secondary electrons in ion gauges. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 3242–3243 (1987)
12. Jousten, K., Röhl, P.: Comparison of the sensitivities of ionization gauges to hydrogen and deuterium. *Vacuum* **46**, 9–12 (1995)
13. Becker, H.U., Messer, G.: Proceedings of 5th International Vacuum Congress/9th International Conference on Surface Science, Madrid (1983), 84 (unveröffentlicht)
14. Holanda, R.: Investigation of the sensitivity of ionization-type vacuum gauges. *J. Vac. Sci. Technol.* **10**, 1133 (1973)
15. Filipelli, A.: A brief review of some recent sensitivity and residual current measurements for several commercial ionization gauges. *AIP Conf. Proc.* **171**, 236–243 (1988)
16. Tilford, C.R., Mc Culloh, K.E., Seung Woong, H.: Performance characteristics of a broad range ionization gage tube. *J. Vac. Sci. Technol.* **20**, 1140 (1982)
17. Wood, S.D., Tilford, C.R.: Long-term stability of two types of hot cathode ionization gauges. *J. Vac. Sci. Technol. A* **3**, 542 (1985)
18. Filipelli, A.R., Abbott, P.J.: Long-term stability of Bayard-Alpert gauge performance: results obtained from repeated calibrations against the National Institute of Standards and Technology primary vacuum standard. *J. Vac. Sci. Technol. A* **13**, 2582 (1995)
19. Lichtman, D.: Residual gas analysis: Past, present, and future. *J. Vac. Sci. Technol. A* **8**, 2810 (1990)
20. Lieszkovsky, L., Filipelli, A.R., Tilford, C.R.: Metrological characteristics of a group of quadrupole partial pressure analyzers. *J. Vac. Sci. Technol. A* **8**, 3838 (1990)
21. Blanchard, W.R., McCarthy, P.J., Dylla, H.F., La Marche, H., Simpkins, J.E.: Long-term changes in the sensitivity of quadrupole mass spectrometers. *J. Vac. Sci. Technol. A* **4**, 1715 (1986)
22. Bennet, J.R., Elsey, R.J.: Anomalies in the measurement of the residual gases in a large UHV system using a quadrupole mass analyser. *Vacuum* **44**, 647 (1993)
23. Fremerey, J.K.: Qualifying an XHV system by the residual gas accumulation method. *J. Vac. Soc. Jpn* **37**, 718 (1994)
24. Nakashima, Y., Tsuchiya, K., Ohtoshi, K., Shoji, M., Yatsu, K., Tamano, T.: Evaluation of the background signal for mass spectrometry under high ambient hydrogen pressures in plasma discharges. *J. Vac. Sci. Technol. A* **13**, 2470 (1995)
25. Jousten, K., Putzke, S., Buthig, J.: Partial pressure measurement standard for characterizing partial pressure analyzers and measuring outgassing rates. *J. Vac. Sci. Technol. A* **33**, 061603 (2015). <https://doi.org/10.1116/1.4935432>
26. Ellefson, R.E., Cain, D., Lindsay, C.N.: Calibration of mass spectrometers for quantitative gas mixture analysis. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 129 (1987)
27. Basford, J.A., Boeckmann, N.D., Ellefson, R.E., Filipelli, A.R., Holkeboer, D.H., Lieszkovsky, L., Stupak, C.M.: Recommended practice for the calibration of mass spectrometers. *J. Vac. Sci. Technol. A* **11**, 22 (1993)
28. Solomon, G.M.: Standardization and temperature correction of calibrated leaks. *J. Vac. Sci. Technol. A* **4**, 327 (1986)
29. Ehrlich, C.D.: A note on flow rate and leak rate units. *J. Vac. Sci. Technol. A* **4**, 2384 (1986)
30. Thorberg, S.M.: Stepped linear piston displacement fundamental leak calibration system. *J. Vac. Sci. Technol. A* **6**, 2522 (1988)



Normen der Vakuumtechnik

30

Karl Jousten

Zusammenfassung

Die Normen der Vakuumtechnik regeln hauptsächlich, wie die geometrischen Maße zu verbindender Bauteile sein sollen, wie die Kenndaten von Vakuumpumpen gemessen werden und wie Messgeräte kalibriert werden sollen. Da bei der Bestimmung der Kenndaten von Vakuumpumpen die Messkammer eine entscheidende Rolle für die ermittelten Werte spielt, ist die Normung unerlässlich, um Werte vergleichen zu können. Bei der Kalibrierung von Vakummessgeräten steht dagegen das physikalisch richtige Vorgehen im Vordergrund.

1 Normen für Bezeichnungen

Die englischen Bezeichnungen der Vakuumtechnik sind in ISO 3529, Teile 1 bis 3 festgelegt worden. Die älteren Ausgaben von 1981 waren viersprachig und enthalten auch die deutschen Bezeichnungen. Der Teil 3 der ISO 3529 wurde 2014 jedoch aktualisiert und enthält nur noch englische Begriffe. DIN 28400, Teile 1–8, regeln darüber hinaus weitere Bezeichnungen (siehe Abschn. 5).

2 Geometrische Normen

Die geometriebezogenen Normen der Vakuumtechnik sind vernünftigerweise fast ausschließlich international und regeln die Maße von Flanschen und Dichtungen (ISO 1609, 2861, 3669, 9803) und Eckmaße bei Ventilen (ISO 21358).

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland
E-Mail: karl.jousten@ptb.de

3 Normen für Vakuumpumpen

Die Normen für die Ermittlung der Kenngrößen von Vakuumpumpen sind die zahlreichsten in der Vakuumtechnik. In den Kapiteln zu den einzelnen Pumpentypen wurde an verschiedenen Stellen auf sie eingegangen. Sie sind in Tab. 1 noch einmal mit den dazugehörigen Normen zusammengefasst.

Der Hintergrund dieser Normen sei hier kurz beleuchtet.

Das Saugvermögen S (Gl. 19 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“) wird bestimmt, indem der Druck p auf der Einlassseite einer Pumpe gemessen wird, wenn ein bekannter Gasfluss q_{pV} einströmt.

$$S = \frac{q_{pV}}{p - p_0} \quad (1)$$

Dabei ist p_0 der Druck bei $q_{pV} = 0$. p sollte zumindest um einen Faktor 2 größer sein als p_0 .

Während q_{pV} mit Hilfe eines Gasdosiersystems oder anderer Methoden (siehe unten) relativ leicht bestimmt werden kann, ist die Messung von p direkt vor einem Pumpflansch aufgrund des gerichteten Gasflusses problematisch. Der Druck p ist im thermodynamischen Sinne nur in einem abgeschlossenen System definiert, in dem Gleichgewicht herrscht. Das ideale physikalische Modell müßte daher für den obigen Fall ein unendlich großes Volumen ansetzen, in dem der Pumpeinlass einen vernachlässigbaren Effekt auf die isotrope Maxwell-Verteilung im Innern dieses Volumens hat [1, 2]. Weil Flansche von Hochva-

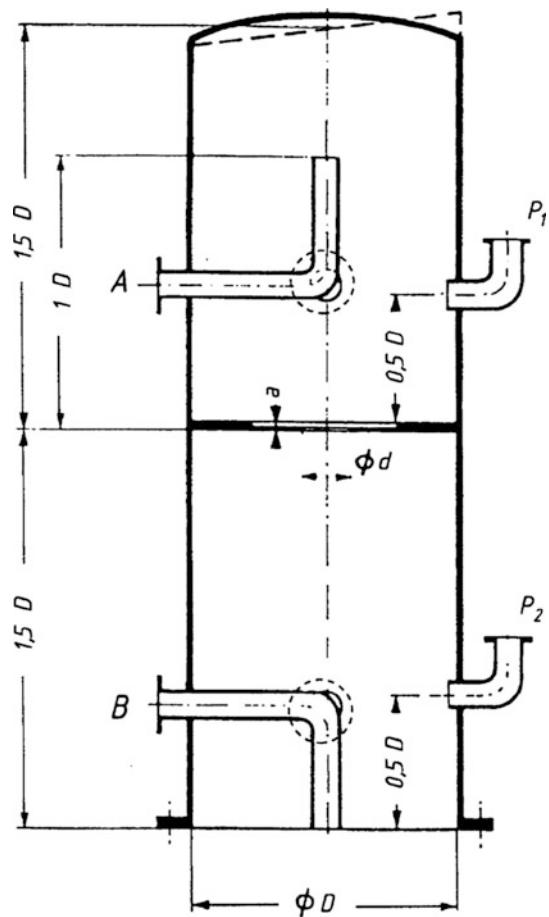
Tab. 1 Vakuumphysikalisch wichtige Kenngrößen von Vakuumpumpen

Kenngröße	Symbol	betrifft	Betreffende DIN-Normen
Saugvermögen	S	alle Pumpen	28426 (Teil 1), 28427, 28428, 28429, 28431, 28432
Enddruck	p_{end}	alle Pumpen	28426(1), 28427, 28428, 28429, 28431, 28432
Endpartialdruck		Ölgedichtete Rotationsverdrängervakuumpumpen	28426(1)
Startdruck	p_{start}	alle Hochvakuumpumpen	28428, 28429
Vorvakuumdruck (maximal zulässiger)	$(p_{\text{vor}})_{\text{max}}$	Diffusionspumpen Turbomolekularpumpen	28427
Kompressionsverhältnis	K	Wälzkolbenpumpe Turbomolekularpumpen	28426 (2) 28428
Wasserdampfverträglichkeit	p_w	Rotationsverdrängervakuumpumpen	28426(1)

kuumpumpen von beträchtlicher Größe sind, können Kammern in der Praxis nicht so groß gemacht werden, dass das obige Modell angenähert werden kann. In einer Kammer über einer Pumpe sind daher immer beträchtliche Druckgradienten vorhanden und die Bewegung der Gasteilchen ist nicht isotrop. Aus diesem Grund ist es unumgänglich, dass durch möglichst international anerkannte Normen festgelegt wird, an welchem Ort über einem Pumpflansch und in welcher Orientierung der Druck p gemessen wird. Das Finden einer solchen Norm ist dabei von zwei Grundideen geleitet: Zum einen möchte man in einer Normkammer einen ähnlichen Wert messen wie in einer unendlich großen Kammer. Zum anderen soll die Normkammer einer Vakuumkammer in der Praxis ähnlich sein, damit das Saugvermögen beim praktischen Design von Vakuumsystemen auch eine sinnvolle Rechengröße ist.

Die Tab. 1 und 2 geben einen Überblick über die vorhandenen nationalen und internationalen Normen. Die Amerikanische Vakuumgesellschaft (AVS) hat 1987 [3]

Abb. 1 Doppeldom nach Fischer-Mommsen zur Messung des Saugvermögens von Hochvakuumpumpen (DIN 28429)



und 1989 [4] ihre Empfehlungen zur Bestimmung des Saugvermögens geändert, um sie den internationalen Normen, wie sie gleichlautend in DIN, ISO und PNEUROP formuliert wurden, anzupassen. Seit dem Jahr 2004 ist ein neues ISO-Normenwerk für Vakuumpumpen in Bearbeitung.

In allen Normen bzw. Empfehlungen muss die Testkammer den gleichen Innen-durchmesser wie der Pumpflansch besitzen. ISO schreibt dies allerdings für Flansch-durchmesser nur bis herunter zu 100 mm vor, während die AVS-Empfehlung dies bis zu 50 mm vorschreibt. ISO charakterisiert auch die Form und Größe des Adapters von der Testkammer zum Pumpflansch < 100 mm. Der Deckel der Testkammer sollte abgerundet, konisch oder geneigt sein. Diese Formgebung hat hauptsächlich den Grund, dass Öl, das an dieser Oberfläche kondensiert, seitlich abläuft, anstatt zurück in die Pumpe zu tropfen, wo Druckstöße hervorgerufen werden können. Bei den ölfreien Pumpen oder nahezu ölfreien Pumpen ist dies aber ohne Bedeutung.

Zwei Methoden werden von den DIN/ISO/Pneurop Normen empfohlen, um q_{pV} zu messen. Die Methode mit der Doppeldomkonfiguration (Abb. 1) sollte verwendet werden, wenn kein geeigneter Flussmesser mit hinreichender Genauigkeit zur Verfügung steht. Bei dieser Methode wird q_{pV} durch die Druckdifferenz über eine Blende bekannten Leitwerts gemessen. Das Saugvermögen kann dann mittels der Gleichung

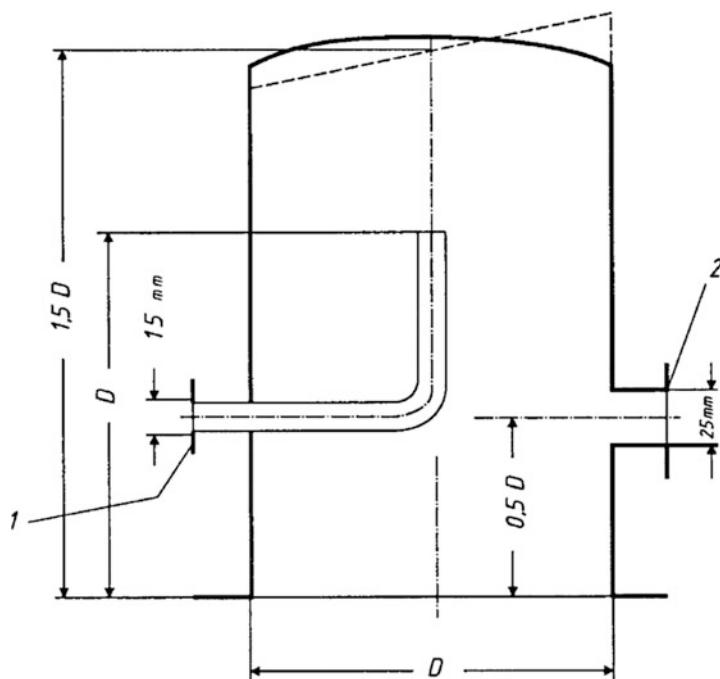


Abb. 2 Einfachdom zur Messung des Saugvermögens von Hochvakuum-pumpen nach DIN 28428 und 28429

Tab. 2 Für die Vakuumtechnik relevante nationale und internationale Normen und Empfehlungen**a) Nationale Normen (DIN), wenn EN auch gleichzeitig europäische Norm des CEN.**

DIN	Titel	Ausgabe
EN 1012-2	Kompressoren und Vakuumpumpen – Sicherheitsanforderungen Teil 2 Vakuumpumpen	7.96
1301	Einheiten	
	Teil 1 – Einheitennamen, Einheitenzeichen	10.02
	Teil 2 – Allgem. angewendete Teile und Vielfache	2.78
	Teil 3 – Umrechnungen für nicht mehr anzuwendende Einheiten	10.79
1304	Allgemeine Formelzeichen	3.94
1306	Dichte; Begriffe	6.84
1313	Physikalische Größen und Gleichungen, Begriffe, Schreibweisen	12.98
1314	Druck; Grundbegriffe, Einheiten	2.77
1319	Grundlagen der Messtechnik	
	Teil 2: Begriffe für die Anwendung von Messgeräten	10.05
	Teil 3: Auswertung von Messungen einer einzelnen Messgröße – Messunsicherheit	5.96
	Teil 4: Behandlung von Unsicherheiten bei der Anwendung von Messungen	2.99
EN 1330-8	Zerstörungsfreie Prüfung – Terminologie – Begriffe für die Dichtheitsprüfung	7.98
1343	Norm-Zustand, Referenzzustand	1.90
EN 1518	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Charakterisierung von massenspektrometrischen Leckdetektoren	6.98
EN 1593	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Blasenprüfverfahren	11.99
EN 1779	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Kriterien zur Auswahl von Prüfmethoden und -verfahren	10.99
EN ISO 2151	Akustik – Geräuschmessnorm für Kompressoren und Vakuumpumpen – Verfahren der Genauigkeitsklasse 2 (ISO 2151:2004); Deutsche Fassung EN ISO 2151:2:2008	1.09
ISO 3567	Vakuummeter – Kalibrieren von Vakuummetern durch direkten Vergleich mit einem Bezugsnormalkontakt (ISO 3567:2011)	5.15

(Fortsetzung)

Tab. 2 (Fortsetzung)

EN ISO 5167	Durchflussmessung von Fluiden mit Drosselgeräten in voll durchströmten Leitungen mit Kreisquerschnitt	
	Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Anforderungen	1.04
	Teil 2: Blenden	12.03
	Teil 3: Düsen und Venturidüsen	12.03
	Teil 4: Venturirohre	12.03
EN 13184	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Druckänderungsverfahren	7.01
EN 13185	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Prüfgasverfahren	7.01
EN 13192	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Kalibrierung von Referenzlecks für Gase	3.02
EN 13463	Nicht-elektrische Geräte in explosionsgefährdeten Bereichen Teil 5: Schutz durch konstruktive Sicherheit	3.04
EN 13625	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Anleitung zur Auswahl von Dichtheitsprüfgeräten	3.02
24290	Strahlpumpen; Begriffe, Einteilung	8.81
24291	Strahlpumpen; Benennungen und Einzelteile	4.74
28400	Vakuumtechnik, Benennungen und Definitionen	
	Teil 1 – Allgemeine Benennungen	5.90
	Teil 2 – Vakuumpumpen	10.80
	Teil 3 – Vakuummessgeräte	6.92
	Teil 5 – Vakuumtrocknung und Vakuumgefriertrocknung	3.81
	Teil 6 – Analysentechnik für Oberflächenschichten	10.80
	Teil 7 – Vakuummetallurgie	7.78
	Teil 8 – Vakuumsysteme, Komponenten und Zubehör	11.97
28401	Vakuumtechnik; Bildzeichen – Übersicht	4.07
28402	Vakuumtechnik; Größen, Formelzeichen, Einheiten – Übersicht	12.76
28403	Vakuumtechnik; Kleinflansch – Verbindungen (Schnellverbindungen)	9.86
28404	Vakuumtechnik; Flansche; Maße	10.86
28411	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Massenspekrometer-Lecksuchmeßgeräte, Begriffe	3.76

(Fortsetzung)

Tab. 2 (Fortsetzung)

28426	Vakuumtechnik; Teil 1 – Abnahmeregeln für Rotationsverdrängervakuumpumpen, Sperr- und Drehschiebervakuumpumpen sowie Kreiskolbenvakuum pumpen im Grob- und Feinvakumbereich	8.83
	Teil 2 – Abnahmeregeln für Drehkolbenvakuumpumpen, Wälz-kolbenvakuumpumpen im Feinvakumbereich	3.76
28427	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Diffusionspumpen und Dampfstrahlvakuumpumpen für Treibmitteldampfdrücke kleiner 1 mbar	2.83
28428	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Turbomolekularpumpen	11.78
28429	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Ionengetterpumpen	4.03
28430	Vakuumtechnik; Meßregeln für Dampfstrahlvakuumpumpen und Dampfstrahlkompressoren; Treibmittel: Wasserdampf	11.84 ^a
28431	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Flüssigkeitsvakuumpumpen	1.87
28432	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Membranvakuumpumpen	9.96
66038	Torr – Millibar; Millibar – Torr Umrechnungstabellen	4.71

b) Nationale Richtlinien oder Vereinbarungen

Bez.	Titel	Ausgabe
DKD-R 6-2	Kalibrierung von Messmitteln für Vakuum	
	Teil 1 Grundlagen	3.02
	Teil 2 Messunsicherheiten	3.02
	Teil 3 Elektrische Membranvakuummeter	3.02
	Teil 4 Ionisations-Vakuummeter	3.02
	Teil 5 Wärmeleitungs-Vakuummeter	12.07

c) Internationale Normen, Technische Richtlinien und Normentwürfe (TS technical specification, WD working draft, CD committee draft, DIS draft international standard, FDIS, final draft international standard)

ISO	Titel	Ausgabe
554	Standard atmospheres for conditioning and/or testing specifications	1976
1000	SI units and recommendations for the use of their multiples and of certain other units	11.92

(Fortsetzung)

Tab. 2 (Fortsetzung)

1043	Plastics – Symbols and abbreviated terms – Part 1: Basic polymers and their special characteristics	12.01
1607	Positive-displacement vacuum pumps. Measurement of performance characteristics	
	Part 1: Measurement of volume rate of flow (pumping speed)	12.93
	Part 2: Measurement of ultimate pressure	11.89
1608	Vapour vacuum pumps	
	Part 1: Measurement of volume rate of flow	12.93
	Part 2: Measurement of critical backing pressure	12.89
1609	Vacuum Technology; Flange dimensions	3.86
2533	Standard Atmosphere/Normatmosphäre (ISO/DIN)	12.79
2861	Quick release couplings. Dimensions	
	Part 1: Clamped Type	8.74
	Part 2: Screwed Type	8.80
3529	Vacuum Technology Vocabulary	
	Part 1: General Terms	12.81
	Part 2: Vacuum Pumps and related terms	12.81
	Part 3: Vacuum gauges	4.14
3530	Vacuum Technology; Mass spectrometer-type leak-detector calibration	9.79
3567	Vacuum Technology – Vacuum gauges – Calibration by direct comparison with a reference gauge	12.11
3669	Vacuum Technology; Bakeable flanges, dimensions	2.86
TS 3669	Vacuum technology – Bakeable flanges – Part 2: Dimensions of knife-edge flanges	8.07
5167	Measurement of fluid flow by means of orifice plates, nozzles etc. Part 1–4	2003
5302	Vacuum Technology – Turbo molecular pumps – Measurements of performance characteristics	7.03
9300	Measurement of gas flow by means of critical flow Venturi nozzles	8.05
9803	Vacuum technology – Mounting dimensions of pipeline fittings –	5.07
	Part 1: Non knife-edge flange type	
	Part 2: Knife-edge flange type	

(Fortsetzung)

Tab. 2 (Fortsetzung)

14291	Vacuum gauges – Definitions and specifications for quadrupole mass spectrometers	7.12
14617	Graphical symbols for diagrams –	9.02
	Part 3 (Connections and related devices),	
	Part 5 (measurement and control devices),	
	Part 8 (valves and dampers),	
	Part 9 (Pumps, compressors and fans)	
21358	Vacuum Technology – Right angle valve – Dimensions and interfaces for pneumatic actuator	4.07
21360	Vacuum Technology – Vacuum Pumps – Standard methods for measuring vacuum pump performance; General description	6.07
21360-2	Vacuum technology – Standard methods for measuring vacuum-pump performance –	1.12
	Part 2: Positive displacement vacuum pumps	
27892	Vacuum technology – Turbomolecular pumps – Measurement of rapid shutdown torque	1.10
27893	Vacuum technology – Vacuum gauges – Evaluation of the uncertainties of results of calibrations by direct comparison with a reference gauge	8.11
27894	Vacuum technology – Vacuum gauges – Specifications for hot cathode ionization gauges	11.09
27895	Vacuum technology – Valves – Leak test	11.09

d) Internationale Richtlinien oder Vereinbarungen

Bez.	Titel	Ausgabe
PNEUROP 5607	Vakuumpumpen; Abnahmeregeln, Teil II (Treibmittelpumpen), identisch mit DIN 28427	1972
PNEUROP 5608	Vakuumpumpen; Abnahmeregeln, Teil III (Turbomolekularpumpen), identisch mit DIN 28428	1973
PNEUROP 5615	Vakuumpumpen; Abnahmeregeln, Teil IV (Iongetterpumpen), identisch mit DIN 28429	1976
PNEUROP 6601	Anwendung nationaler Normen für die Abnahme und die Leistungsmessung von, Dampfstrahl-Vakuumpumpen und Dampfstrahlverdichtern, identisch mit DIN 28430	1978

(Fortsetzung)

Tab. 2 (Fortsetzung)

PNEUROP 6602	Vakuumpumpen; Abnahmeregeln, Teil I (Ölgedichtete Rotationsvakuumpumpen; Wälzkolbenpumpen), identisch mit DIN 28426	1979
PNEUROP 6606	Vakuumflansche und – Verbindungen; Abmessungen, identisch mit DIN 28403 und 28404	1985
PNEUROP PN5 ASR CC/5	Vakuumtechnik. Abnahmeregeln für mit Kältemaschinen gekühlte Kryopumpen	7.89
OIML R 17	Anzeigende Druckmessgeräte; Vakuummeter und Druck-Vakuummeßgeräte; normale Geräte (<i>Text Französisch</i>)	1981
OIML R 101	Anzeigende und aufzeichnende Druckmeßgeräte; Vakuummeßgeräte und Manovakummeter mit elastischem Meßglied (<i>Text Französisch</i>)	1991
94/9/EG	Richtlinie des Europäischen Parlaments und des Rates zur Angleichung der Rechtsvorschriften für Geräte und Schutzsysteme zur bestimmungsgemäßen Verwendung in explosionsgefährdeten Bereichen	3.94
1999/92/EG	Richtlinie des Europäischen Parlaments und des Rates über Mindestvorschriften zur Verbesserung des Gesundheitsschutzes und der Sicherheit der Arbeitnehmer, die durch explosionsfähige Atmosphären gefährdet werden können	12.99

e) Empfehlungen der Amerikanischen Vakuumgesellschaft AVS

Titel der Empfehlung	Veröffentlicht in:
Recommended procedure for measuring pumping speeds	J. Vac. Sci. Technol. A 5 (1987), 2552
American Vacuum Society recommended practices for pumping hazardous gases	J. Vac. Sci. Technol. A 6 (1988), 1226
A survey of vacuum material cleaning procedures: A subcommittee report of the American Vacuum Society Recommended Practices Committee	J. Vac. Sci. Technol. A 9 (1991), 2025
Recommended practices for the calibration and use of capacitance diaphragm gauges as transfer standards	J. Vac. Sci. Technol. A 9 (1991), 2843–2863
Recommended practices for the calibration and use of leaks	J. Vac. Sci. Technol. A 10 (1992), 1–17
Recommended practice for the calibration of mass spectrometers for partial pressure analysis	J. Vac. Sci. Technol. A 11 (1993), A22–A40

(Fortsetzung)

Tab. 2 (Fortsetzung)

Recommended practices for measuring the performance and characteristics of closed-loop gaseous helium cryopumps	J. Vac. Sci. Technol. A 17 (1999), 3081
Recommended practice for calibrating vacuum gauges of the thermal conductivity type	J. Vac. Sci. Technol. A 18 (2000), 2568–2577
Recommended practice for measuring and reporting outgassing data	J. Vac. Sci. Technol. A 20 (2002), 1667
Recommended practice for process sampling for partial pressure analysis	J. Vac. Sci. Technol. A 25 (2007), 167–186

Kurzfassungen vieler der älteren angegebenen Normen sind in A. J. Schubert, *Normen und Empfehlungen der Vakuumtechnik*. In: Vakuum in der Praxis 3 (1991), 211–217 zu entnehmen
PNEUROP ist ein Zusammenschluss der Hersteller von Verdichtern, Vakuumpumpen und Druckluftwerkzeugen in Europa (<http://www.pneurop.org>)

DIN, DIN EN und ISO-Normen sind vom Beuth-Verlag, Berlin zu beziehen (<http://www.din.de>)
PNEUROP Regeln vom VDMA, Frankfurt, Niederrad (<http://www.vdma.org>)

Die DKD-Richtlinien sind herunterladbar von <http://www.dkd.eu>

^a(zur Zeit in Überarbeitung)

$$S = \frac{q_{pV}}{p_2} = C \left(\frac{p_1}{p_2} - 1 \right) \quad (2)$$

berechnet werden, wobei C der zwischen den beiden Domen herrschende Leitwert und p_1 und p_2 die Drücke oberhalb bzw. unterhalb sind. Der Leitwert wird gemäß Gl. 9 in ► Abschn. 2 in Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“ (dünne Blende) oder gemäß Gl. 7 in ► Kap. 8, „Molekulare Strömung von Gasen“ mit Gl. 8 dort (dicke Blende) berechnet.

Die zweite Methode wird angewendet, wenn ein geeignetes, genaues Gasflussmessgerät zur Verfügung steht, um q_{pV} zu messen, in der Regel bei einem Ansaugdruck über 10^{-4} Pa. In diesem Fall genügt die Verwendung eines Einfachdoms (Abb. 2). Die beiden Methoden stimmen in einem Überlappungsbereich nicht überein [5], was aufgrund der Tatsache, dass sich in den beiden Arten von Testdomen unterschiedliche molekulare Strömungen ausbilden, auch nicht all zu sehr überrascht.

Alternativ zur Verwendung des Einfachdoms nach der Durchflussmethode bei konstanten Druck wurde hauptsächlich für die Bestimmung des Saugvermögens von Membranvakuumpumpen in ISO 21360 und in DIN 28432 ein Auspumpverfahren aus einem großen Volumen gewählt. Dies erspart die direkte Gasstrommessung zugunsten eines intervallartigen Auspumpens des Behälters mit Hilfe eines Schnellschlussventils und einer Druckmessung vor und nach dem Auspumpprozess. Wegen Temperaturänderungen bei diesem Auspumpprozess ist hinreichend lange bis zur Druckmessung zu warten. Das Verfahren ist gut automatisierbar.

Es gibt auch andere Methoden der Saugvermögensmessung, erwähnt sei die sogenannte Leitwertmodulationsmethode [6, 7]. Um die erwähnte Vergleichbarkeit von Ergebnissen zu erzielen, sollten jedoch grundsätzlich nur genormte Verfahren angewandt werden.

4 Normen der Vakuummessung

Über die in Abschn. 1 genannten Begriffe hinaus gibt es Definitionen für die Vakuummesstechnik: ISO 27894 für Ionisationsvakummeter und ISO 14291 für Quadrupolmassenspektrometer.

Die grundlegende Norm zur Kalibrierung von Vakuummessgeräten durch das Vergleichsmessverfahren ist die DIN ISO 3567 (► Abschn. 2 in Kap. 29, „Kalibrierung von Vakuummessgeräten“). Sie beschreibt, wie eine entsprechende Apparatur aufzubauen ist und wie die Messung durchzuführen ist. Die mit einer solchen Kalibrierung verbundenen Messunsicherheiten sind in ISO 27893 beschrieben. Weitere Normen, die Besonderheiten von einzelnen Vakuummessgeräten berücksichtigen, sind in Arbeit, insbesondere ISO 19685 für Pirani und ISO 20146 für kapazitive Membranvakummeter.

Ebenso sind Technische Spezifikationen für die Charakterisierung von Quadrupolmassenspektrometer (ISO TS 20175) und zur Ausgasratenmessung (ISO TS 20177) in Vorbereitung.

5 Tabelle der Normen

Tab. 2 listet die auf das Vakuum bezogenen Normen des DIN (Deutsches Institut für Normung), des CEN (Europäisches Kommitte für Normung), der DAkkS (Deutsche Akkreditierungsstelle), der ISO (International Standard Organisation), von PNEUROP (s. u.), und der AVS (American Vacuum Society) auf.

Literatur

1. Fischer, E., Mommsen, H.: Monte Carlo computations on molecular flow in pumping speed test domes. *Vacuum* **17**, 309 (1967)
2. Yu-guo, F., Ting Wie, X.: The appropriate test domes for pumping speed measurement. *Vacuum* **30**, 377 (1980)
3. Hablanian, M.H.: Recommended procedure for measuring pumping speeds. *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**, 2552 (1987)
4. Kendall, B.R.F.: Recommended procedures for measuring the performance of positive-displacement mechanical vacuum pumps. *J. Vac. Sci. Technol. A* **7**, 2404 (1989)
5. Grosse, G., Jitschin, W., Wandrey, D.: Procedures for measuring pumping speeds. *Vacuum* **41**, 2120 (1990)
6. Terado, K., Okano, T., Tuzi, Y.: Conductance modulation method for the measurement of the pumping speed and outgassing rate of pumps in ultrahigh vacuum. *J. Vac. Sci. Technol. A* **7**, 2397 (1989)
7. Tuzi, Y., Okano, T., Terano, K.: Accuracy of the conductance modulation method for the measurement of pumping speed and outgassing rate. *Vacuum* **41**, 2004 (1990)



Karl Jousten

Zusammenfassung

In diesem Kapitel geht es darum, welche Anforderungen an die Materialien der Vakuumtechnik gestellt werden, welche Materialien im Einzelnen geeignet sind und wie sie gefertigt und verarbeitet werden müssen. In den Anfängen der Vakuumtechnik dominierte Glas als Rohstoff für Behälter, während heute Edelstahl und Aluminium eingesetzt werden. Glas, Keramik und Kupfer spielen eine wichtige Rolle für Durchführungen oder Einbauten.

1 Anforderungen und Überblick über die Werkstoffe

Die Anforderungen an einen Werkstoff für die Vakuumtechnik können, abhängig von seinem Einsatzzweck, sehr vielfältig sein:

- Das zum Bau einer Vakuumkammer verwendete Material darf die umgebende Luft nicht in das Vakuum eindringen lassen.
- Das Kammermaterial muss steif genug sein, damit es sich beim Evakuieren unter dem dann auftretenden Differenzdruck von 100 kPa (1 bar), der der Kraft einer Masse von 10 t auf 1 m² entspricht, nicht verformt.
- Gleichzeitig darf das Material nicht wesentlich in das Vakuum ausgasen, wobei die Höhe des zu erreichenden Vakuums das Maß der tolerierbaren Ausgasrate bestimmt.
- Für Einbauteile in eine Vakuumkammer, die ringsum von Vakuum umgeben sind, spielt dagegen die Dichtheit eine untergeordnete oder gar keine Rolle.
- Die Rotorblätter einer Turbomolekularpumpe müssen extreme Beschleunigungen aushalten und dürfen sich durch die Gasreibung nicht stark erwärmen.

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

- Materialien für Helium-Badkryostaten müssen Temperaturschwankungen bis herunter zu wenigen K, Materialien für hoch auszuheizende Ultra-Hochvakuum-Apparaturen bis zu 450 °C aushalten.

Die wichtigsten spezifischen Forderungen an die Werkstoffe der Vakuumtechnik sind somit:

- ausreichende mechanische Festigkeit
- Korrosionsbeständigkeit
- hohe Gasdichtheit (Leckraten z. B. $< 10^{-9}$ mbar L s $^{-1}$ (10^{-7} Pa L s $^{-1}$))
- geringer Eigendampfdruck
- geringer Gehalt an Fremdgasen
- leichte Entgasbarkeit
- hohe Schmelz- und Siedetemperatur
- saubere Oberflächen
- angepasstes Ausdehnungsverhalten
- gute Temperaturwechselbeständigkeit

Darüber hinaus ist bei Prozessen auf ausreichende chemische Resistenz der Materialien gegenüber den verwendeten Gasen und Dämpfen zu achten.

Die Forderungen an die Werkstoffe und an die Bauteile bezüglich Gasabgabe und Dichtheit nehmen zu, wenn man sich dem Bereich des Ultrahochvakuums nähert. Tab. 1 gibt einen Überblick über die in der Vakuumtechnik verwendeten Materialien für den Kammerbau.

2 Werkstoffe der Vakuumtechnik

2.1 Metalle

Metalle und Metalllegierungen im festen Zustand sind dadurch gekennzeichnet, dass die Atome regelmäßig in einer bestimmten Gitterstruktur angeordnet sind. Diese Kristallstruktur erfüllt jedoch nur in Ausnahmefällen das ganze Metallstück. Dieses besteht vielmehr aus vielen kleinen Kristallkörnern, sogenannten Kristalliten in einer Größe von einigen Kubikmillimetern bis einigen Kubikmetern. Das Material wird daher auch als polykristallin bezeichnet.

Die Körner werden durch Korngrenzen getrennt, die erheblich andere chemische und mechanische Eigenschaften aufweisen können als die Kristallite. Form und Größe der Kristallite bestimmen die mechanischen Eigenschaften. Diese werden durch die verwendeten Verfahren bei der Herstellung und durch die Wärmebehandlung beeinflusst. Feine gestreckte Kristallite machen das Metall hart und spröde. Das Material weist eine hohe Festigkeit auf. Solche Werkstoffe werden kaltgewalzt, kaltverfestigt und kaltverformt.

Bei längerem Erhitzen über der Rekristallisationstemperatur T_R bilden sich große Kristallite, wodurch das Metall weich und duktil wird (Weichglühen). In der Regel

Tab. 1 Überblick über die hauptsächlich verwendeten Werkstoffe für Kammern und Dichtungen und ihre Zuordnung zu den verschiedenen Vakuumbereichen

Druckbereich und Vakuumbezeichnung	Anwendungsbeispiel	Werkstoffe	
10^2 mbar (10^4 Pa) 1 mbar (10^2 Pa)	Großvakuum	Trocknung Entgasung Destillation	Baustahl Edelstahl Keramik Aluminium Elastomerdichtungen
1 mbar (100 Pa) 10^{-3} mbar (10^{-1} Pa)	Feinvakuum	Vakuumverfahrenstechnik	Aluminium Edelstahl Keramik Elastomerdichtungen
10^{-3} mbar (10^{-1} Pa) 10^{-7} mbar (10^{-5} Pa)	Hochvakuum	Beschichtung Molekularstrahlexperimente	Edelstahl Aluminium Al ₂ O ₃ -Keramik Elastomerdichtungen Tantal, Molybdän
10^{-8} mbar (10^{-6} Pa) 10^{-12} mbar (10^{-10} Pa)	Ultrahochvakuum	Aufbringen reinster Schichten Materialanalyse Beschleunigertechnik	Edelstahl Aluminium Al ₂ O ₃ -Keramik Kupferdichtungen Spezialdichtungen Gold, Silber, Tantal, Molybdän

liegt diese Rekristallisationstemperatur bei $T_R \approx 0,4 T_E$, wobei T_E die Schmelztemperatur ist und beide Temperaturen in K angegeben werden.

In der Tab. 2 sind die Herstellungsarten und die Vor- und Nachteile derselben für die Vakuumtechnik aufgelistet.

2.1.1 Die wichtigsten Metalle und Metalllegierungen

Normalstahl

Die allgemeinen Baustähle sind bekannt als S235 oder S355 (alte Bez. St 37 oder St 52). Üblicherweise sind sie mit Kohlenstoff, Phosphor, Schwefel verunreinigt. Sie werden für Hochvakuumanwendungen im Bereich bis herunter zu 10^{-4} Pa (10^{-6} mbar) eingesetzt, wenn kein Korrosionsschutz erforderlich ist. Bedingt durch das Herstellungsverfahren dieser Stähle, muss eine ständige Gasabgabe von CO in Kauf genommen werden.

Die zu verarbeitenden Güten müssen sorgfältig ausgewählt werden. Dies erfolgt in der Regel durch einen Betriebsversuch, bei dem das Verhalten entsprechender Musterwerkstücke bezüglich Schweißbarkeit und Helium-Dichtheit untersucht wird. Die Arbeitstechniken des Kesselbaus/Behälterbaus sind nur eingeschränkt auf den Vakuumbehälterbau übertragbar. Zu vermeiden sind z. B. mehrlagige Schweißungen oder die mechanische Anarbeitung von Seigerungszonen (Anhäufungen unerwünschter Elemente im Metallinnern). Die verwendeten Werkzeuge sind von denen

Tab. 2 Herstellungsarten von Metallen und deren Bewertung

Herstellungsart	Bewertung
Gießen des flüssigen Metalls in Formen	Serienfertigung möglich Auftretender Volumenschwund beim Erstarren Gefahr von Einschlüssen und Lunkern (Ausgasungsquellen, Undichtigkeiten) Geeignet für Bauteile im Vor- und Grobvakumbereich oder bei geringen Ansprüchen
Ziehen und Walzen	Verdichtung des Materials geeignet für alle Bauteile bis zum UHV
Spezialerschmelzen (Elektro-Schlacke-Umschmelzen; ESU-Verfahren) und zusätzliches Schmieden oder Walzen	Herstellung eines sehr reinen und homogenen Materials Zusätzliche Verdichtung beim Schmieden Teuer Gefordert für Spezialanwendungen
Vakumschmelzen	Herstellung eines Materials mit geringem Gehalt an Fremdgasen Teuer Gefordert für Spezialmaterialien (z. B. Titan)
Strangpressen	Es können Geometrien hergestellt werden, die sonst nicht herstellbar sind. Eingeschränkt auf geeignete Werkstoffe (Aluminium)

zu trennen, die für die Bearbeitung von Edelstählen eingesetzt werden, damit die Edelstähle nicht durch verbliebene mikroskopische Rückstände der Normalstähle verunreinigt werden. Bei der Auswahl müssen die Materialeigenschaften, z. B. bezüglich der Schweißbarkeit, beachtet werden.

Als Ausgangsmaterialien dienen Bleche, Stangen und Rohre. Für den Einsatz im Grob- und Feinvakuum werden auch Gussteile (z. B. für Pumpen- und Ventilkörper) verwendet.

Normalstähle können auch für Spezialanwendungen Bedeutung haben, z. B. zur Erzielung einer bestimmten magnetischen Abschirmwirkung. Wenn in diesem Fall Korrosionsbeständigkeit erforderlich ist, muss die Oberfläche beschichtet werden.

Edelstahl

Edelstahl ist ein bevorzugter Werkstoff in der Vakuumtechnik. Die Gründe dafür liegen in der Tatsache, dass Edelstahloberflächen im Allgemeinen durch ihre Oberflächenstruktur hinreichend gut passiviert sind und deshalb einen ausreichenden Schutz gegen Korrosion beim Ausheizen und beim Vakumbetrieb bieten. Gleichzeitig umfasst die Gruppe der Edelstähle auch solche Güten, die eine ausreichende Festigkeit der Flanschverbindungen bei Ausheizprozessen (typisch 200 °C bis 300 °C im UHV-Bereich) aufweisen.

Es steht eine breite Auswahl an Edelstählen zur Verfügung (Tab. 3): nichtstabilisierte Güten (mit hohem Kohlenstoffgehalt) wie 1.4301, Güten mit geringem

Tab. 3 In der Vakuumtechnik verwendete Chromnickelstahlsorten

EN	AISI	DIN	Bemerkungen	Zusammensetzung (%)			
				C	Cr	Ni	Mo
1.4301	304 (V2A)	X5CrNi18-10	beständig bis 600 °C, kann schwach magnetisch sein, gut schweißbar, sehr gut polierbar, kostengünstig	≤ 0,07	17,5–19,5	8,0–10,5	
1.4303	305	X4CrNi19-11	gut schweißbar, nicht härtbar, polierbar, elektropolierbar	≤ 0,06	17–19	11–13	
1.4305	303	X8CrNiS18-9	mit Schwefel legiert, sehr gute Zerspanbarkeit (Automatenstahl), nicht kalt umformbar, nicht schweißbar, nicht elektropolierbar	≤ 0,1	17–19	8–10	
1.4306	304 L	X2CrNi19-11	erhöhte Beständigkeit gegen interkristalline Korrosion, kalt umformbar, gut schweißbar, sehr gut polierfähig, bis 500 °C	≤ 0,03	18–20	10–12	
1.4307	304 L	X2CrNi18-9	s. 1.4306, sehr häufig, bei vergleichbarer Korrosionsbeständigkeit kostengünstiger als 1.4301	≤ 0,03	17,5–19,7	8–10	
1.4310	301	X10CrNi18-8	magnetisierbar	0,05–0,15	16–19	6–9,5	≤ 0,08
1.4401	316	X5CrNiMo17-12-2	warm und kaltgeformt, gut schweißbar, beständig bis 500 °C	≤ 0,07	16,5–18,5	10–13	2–2,5
1.4404	316 L (V4A)	X2CrNiMo17-12-2	bis 700 °C. Sehr gut schweißbar, sehr gut polierfähig, niedrige magnetische Permeabilität,	≤ 0,03	16,5–18,5	10–13	2–2,5
1.4435	316 L	X2CrNiMo18-14-3	s. o., definierter Ferritgehalt	≤ 0,03	17–19	12,5–15	2,5–3
1.4429	316LN	X2CrNiMo17-13-3	hohe Härte, sehr niedrige magnetische Permeabilität, gut schweißbar, sehr gut elektropolierfähig, bis 900 °C	≤ 0,03	16,5–18,5	11–14	2,5–3
1.4541	321	X6CrNiTi18-10	kann schwach magnetisch sein, gut schweißbar, nicht elektropolierfähig, bis 850 °C	≤ 0,08	17–19	9–12	
1.4568	631	X7CrNiAl17-7	magnetisierbar, Folie, Drähte	≤ 0,09	16–18		6,5–7,8
1.4571	316Ti	X6CrNiMo17-12-2	polierfähig, aber Riefenbildung möglich	≤ 0,08	16,5–18,5	10,5–13,5	2–2,5

Kohlenstoffgehalt wie 1.4306, stabilisierte Güten wie 1.4541, 1.4571. Die letzteren sind mit Elementen legiert, die in geschweißten Verbindungen eine Verbindung mit Kohlenstoff eingehen, der ansonsten die Korrosionsbeständigkeit der Oberflächen herabsetzen würde. Für die schweißtechnische Verarbeitung sollen Edelstähle mit geringem Kohlenstoffgehalt oder stabilisierte Güten bevorzugt werden. In der Analysen- und der Beschleunigertechnik werden häufig Edelstähle eingesetzt, die einen geringen Magnetismus zeigen, wie die Werkstoffe 1.4429, 1.4404, 1.4435.

Stahl – Sonderlegierungen

Sonderlegierungen werden benötigt, um Glas-Metall-Verbindungen oder um Verbindungen zu vormetallisierter Keramik herzustellen. Der Grund dafür besteht darin, dass die thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen kommerziellem Edelstahl und dem Werkstoff Glas oder Keramik so unterschiedlich sind, dass die hergestellten Verbindungen Risse oder Sprünge aufweisen würden, wenn sie überhaupt zustande kämen.

Die verwendeten Sonderlegierungen sind in ihrem Ausdehnungsverhalten an die Gläser bzw. die Keramiken angepasst. Es sind binäre Eisen-Nickel-Legierungen oder ternäre Eisen-Nickel-Kobalt-Legierungen, bekannt unter den Namen Kovar, Farnico, Nilo-K oder Vacon. Zu beachten ist, dass diese Legierungen einen hohen Magnetismus haben, der bei einigen physikalischen Anwendungen von Nachteil ist.

Titan

Dieser Werkstoff hat eine hohe gasbindende Wirkung. Titan muss deshalb im Vakumschmelzverfahren gewonnen werden. Es hat in handelsüblicher Qualität einen geringen Kohlenstoffgehalt und ist duktil. Seine Dichte liegt zwischen der des Eisens und des Aluminiums. Titan reagiert ab ca. 150 °C sehr leicht mit atmosphärischen Gasen wie Sauerstoff und Stickstoff. Diese Eigenschaft ist bei bestimmten Anwendungen (z. B. beim Schweißen ohne Schutzvorrichtungen) nachteilig. Andererseits ist es jedoch gerade seine Reaktivität, die diesem Werkstoff ein Einsatzgebiet in der Vakuumtechnik verschafft: Titanhydrid wird zur Vormetallisierung von Keramik verwendet, womit für nachfolgende metallische Schichten (z. B. Nickel) eine dauerhafte Haftung auf Keramik ermöglicht wird. Durch Auftragen von reinen Titanschichten auf geeignete Keramiken ist Aktivlöten ohne gesonderten Metallisierungsprozess möglich. Titan wird auch als Gettermaterial in der Pumpentechnik eingesetzt (► Kap. 21, „Aktive Sorptionspumpen“). Da Titan sehr leicht unterhalb seines Schmelzpunktes von 1670 °C verdampft, wird es in Titan-Verdampferpumpen (Verdampfung bei etwa 1350 °C) durch Stromdurchgang erhitzt und aus dem festen Zustand verdampft. Typische Schichtdicken bei einer Verdampfungszeit von einer Stunde sind 5 µm. In Ionengetterpumpen dienen Platten aus Titan als Kathoden, die durch Ionenbeschuss zerstäubt werden.

Aluminium

Der Werkstoff Aluminium wird vor allem im Vor- und Hochvakumbereich verwendet. So werden Kleinfangscheite aus Aluminium, oft aus massivem Material, gefertigt. Darüber hinaus werden Dichtungen aus Aluminium hergestellt, die bis

ca. 100 °C eingesetzt werden. Die verwendeten Legierungen sollen frei sein von Elementen mit hohem Dampfdruck wie Blei oder Zink. Bevorzugt werden Legierungen aus Aluminium und Silizium. Der Dampfdruck ist gering und beträgt beim Schmelzpunkt von 660 °C ca. 10^{-6} Pa (10^{-8} mbar). Nachteilig ist die große Wärmedehnung, das Vorhandensein einer porösen Aluminiumoxidschicht auf der Oberfläche und eine große Wärmeleitung. Dadurch kommt es zu einer besonderen Poren- und Rissgefahr beim Schweißen, ebenso zu großem Verzug durch die notwendige Vorwärmung beim Schweißprozess. Neuere Anwendungen stellen UHV-Bauteile aus Aluminiumlegierungen dar. Diese Anwendungen erfordern besondere Arbeitstechniken, um die nachteiligen Eigenschaften von Aluminium, z. B. die Porosität der Oberfläche oder die geringe Härte, zu verbessern.

Kupfer

Kupfer zeichnet sich vor allem durch seine hohe Wärmeleitfähigkeit und hohe elektrische Leitfähigkeit aus. Diese Eigenschaften werden in der Kryotechnik und für Kühlkörper (z. B. Strahlabsorber bei Teilchenbeschleunigern) oder Hochleistungsstromleiter benötigt. Solche Bauteile finden in der Vakuumtechnik ein breites Feld der Anwendung.

Nachteilig ist seine Neigung zur sogenannten „Wasserstoffkrankheit“. Darunter versteht man die Reaktion des bei einer Wärmebehandlung vorhandenen Wasserstoffs mit dem im Kupfer vorhandenen Sauerstoff. Das entstehende Wasser sprengt das Gefüge des Kupfers. Deshalb muss im UHV sogenanntes OFHC-Kupfer (Oxygen Free High Conductivity) genommen werden bzw. Kupfer mit abgesenktem Sauerstoffgehalt.

Bei der Auswahl des Materials ist besonders auf die Abwesenheit von Zusatzelementen mit hohem Dampfdruck zu achten. Legierungen wie Tombak oder Messing enthalten die Elemente Zinn oder Zink, die im Vakuum bei höheren Temperaturen leicht verdampfen und damit das Vakuum verschlechtern.

In der UHV-Technik werden in großem Umfang metallische Dichtungen aus Kupfer eingesetzt, die bis ca. 450 °C ausheizbar sind. Die hierfür verwendeten Güten zeichnen sich durch kontrollierte Härte (bei Dichtungen für CF-Flansche) und gute Kaltschweißbarkeit (bei Dichtungen für COF-Flansche) aus. Beim Hochtemperaturlöten kommen Lote der Zusammensetzung Cu/Ag oder Cu/Ag/Pd zum Einsatz.

Gold und Silber

Gold und Silber haben genügend niedrige Dampfdrücke, um im Ultrahochvakuum eingesetzt zu werden.

Gold dient als Dichtmaterial bei entsprechend gefertigten Flanschverbindungen, zur Abdichtung des Ventilsitzes in Ganzmetallventilen oder als Überzug für hochbelastete Stromdurchführungen und Kontakte. Beim Hochtemperaturlöten kommen wie beim Kupfer Lote der Zusammensetzung Cu/Ag oder Cu/Ag/Pd zum Einsatz. Edelstahlschrauben werden versilbert, um die Lebensdauer bei hohen Temperaturen zu erhalten bzw. um ein Kaltverschweißen zu verhindern.

CF-Dichtungen werden ebenso versilbert (► Kap. 32, „Verbindungen der Vakuumtechnik“).

Indium

Indium wird im Hochvakuum zur Herstellung metallischer Dichtungen verwendet, als festes Dichtmaterial zwischen den Flanschen und um gute Wärmeübergänge zwischen verschiedenen Materialien herzustellen.

Sein Dampfdruck ist sehr gering, obwohl sein Schmelzpunkt mit 156 °C verhältnismäßig niedrig ist. Spezialanwendungen (z. B. die Kryotechnik) benötigen dieses Material dort, wo andere Dichtmaterialien nicht einsetzbar sind. Da das Material weich ist, werden keine hohen Dichtkräfte benötigt.

Werkstoffe für Spezialprozesse im Vakuum

Für sehr viele Prozesse im Vakuum kommt man nicht mit der gängigen Palette an Materialien aus. Oft sind es Messprozesse, Heizprozesse und Kühlprozesse, die besondere Materialien oder Bauteile erfordern.

Spezialwerkstoffe wie Wolfram, Tantal oder Molybdän werden eingesetzt für Messsysteme, bei Hochtemperaturanwendungen (Abschirmungen, Verdampferschiffchen), in der Beschleunigertechnik (Strahlabsorber), wie auch bei Tieftemperaturanwendungen.

Heizungen, Strahlungsbleche, Isolatoren

Heizungen können aus hochschmelzenden Materialien wie Wolfram oder Tantal hergestellt sein. Daneben wird auch Grafit eingesetzt. Strahlungsabschirmungen werden z. B. aus Molybdänblech gefertigt.

Charakteristisch für die hochschmelzenden Elemente ist ihre Sprödigkeit. Sie werden aus diesem Grunde nicht geschweißt oder gelötet, sondern überwiegend genietet. Heizungen, die einmal hoch erhitzt wurden, sollen nicht mehr erschüttert oder gar bewegt werden.

Isolatoren sind aus entsprechenden hochschmelzenden Oxiden (z. B. Aluminiumoxid), bei geringeren Temperaturen auch aus Macor.

Materialien für Kühlkörper

Für Kühlkörper wird in der Regel Kupfer gewählt, das in der Güte OFHC verwendet werden sollte. Bei Hochtemperatureinsätzen, z. B. in der Synchrotronstrahlungstechnik, werden Verbundmaterialien wie Kupfer mit Spuren von Aluminiumoxid eingesetzt. Das hochschmelzende Aluminiumoxid verleiht diesem Material Beständigkeit bei hohen Temperaturen (ca. 900 °C).

Materialien zur Strahlungs- und Magnetfeldabschirmung

Für Strahlungsabschirmungen werden in der Regel Bleikörper eingesetzt. Da Blei nur bedingt vakuumtauglich ist, werden die Bleiabschirmungen in entsprechenden Edelstahlhüllen hermetisch dicht verschlossen. Anwender in der Synchrotronstrahlungstechnik verwenden für Abschirmzwecke Verbundmaterialien aus hochschmelzenden Elementen.

Zur Abschirmung magnetischer Felder werden Legierungen aus den Elementen Nickel und Eisen in bestimmten stöchiometrischen Verhältnissen und anderen Elementen benutzt (Mu-Metall®).

Sie werden als Abschirmungen aus Blech (ein- oder mehrlagig innerhalb der Vakuumkammer angeordnet) oder als Vakuumkammern, deren äußere Umhüllung (Haupt- und Seitenrohre, obere und untere Abschlussplatten) aus dem Abschirmmaterial bestehen, eingesetzt. Die Flansche werden aus Edelstahl gefertigt.

Diese Bauteile müssen nach der letzten Bearbeitung im Vakuum einem speziellen Glühprozess unterzogen werden, um die gewünschten Abschirmeigenschaften einzustellen. Sie müssen dann einen hohen Magnetismus zeigen, um die Abschirmwirkung zu realisieren. Nach der Glühbehandlung dürfen sie keinen übergroßen Verformungen ausgesetzt werden, da die eingestellten Eigenschaften beeinträchtigt würden.

2.2 Technische Gläser

2.2.1 Allgemeines

Bis in die 1960er-Jahre bestanden Vakuumapparaturen, besonders für das Hoch- und Ultrahochvakuum fast ausschließlich aus Glas. Kleine Quecksilber- oder Öldiffusionspumpen, Ventile, Kühlfallen und Vakuummessröhren, wie z. B. das McLeod-Vakuummeter und das U-Rohr – Manometer, bestanden ebenfalls aus Glas. Auch zur elektrischen Isolierung bei Hochvakuumdurchführungen wurde es eingesetzt. Heute wird Glas nur noch für spezielle Anwendungen in der Vakuumtechnik eingesetzt, so für optische Zwecke (Sichtfenster, Strahleinkopplung ins Vakuum), für Vakuumaufdampfapparaturen (Glasglocke), als Permeationselement in Testlecks, oder für bestimmte Zwecke der Verfahrenstechnik. Glas zeichnet sich durch eine exzellente chemische Beständigkeit aus, da es nur von ganz wenigen anorganischen oder organischen Verbindungen angegriffen wird.

Der Werkstoff Glas (Tab. 4) ist im Unterschied zum Metall amorph, wodurch er wesentlich andere physikalische Eigenschaften hat. Die Bestandteile bilden ein unregelmäßiges, unsymmetrisches Netzwerk. Glas hat keinen definierten Punkt, an dem das Schmelzen einsetzt und wird daher eher als eine unterkühlte Flüssigkeit angesehen. Glas ist ein spröder Werkstoff, der bei Stoßbeanspruchung sehr leicht bricht, besitzt aber entgegen landläufiger Meinung eine hohe Elastizität. Die Druckfestigkeit von Gläsern ist in etwa so groß wie die von Metallen, während die Zugfestigkeit mit ca. 10^7 N/m^2 um mehr als eine Zehnerpotenz geringer ist als bei Metallen. Der Elastizitätsmodul gleicht dem der Metalle und liegt im Bereich von $E = 5 \cdot 10^{10}$ bis 10^{11} N/m^2 .

Glas besitzt schon bei Zimmertemperatur eine erfahrbar kleine Viskosität. Ein bei Zimmertemperatur schräg in eine Ecke gelehnter Glasstab ist nach einigen Wochen gebogen. Die Viskosität nimmt beim Erwärmen erst langsam, dann schnell und wieder langsam ab. Dieses Verhalten wird in Abb. 1 und 2 gezeigt.

Glas geht mit zunehmender Temperatur vom spröden in den zähen Zustand über. Der betreffende Temperaturbereich wird als Transformationsgebiet bezeichnet.

Tab. 4 In der Vakuumtechnik gebräuchliche Gläser

Glasart	Dichte g/cm ³	$\alpha^a \cdot 10^{-7} \text{ m m}^{-1} \text{ K}^{-1}$	TWB ^b °C	ϑ_g^c °C	ϑ_a^d °C	ϑ_e^e °C	ϑ_{σ}^f °C	Anmerkungen
Weichgläser								
AR-Glas 8418	90 20 °C–300 °C		520	320	708	198		
Hartgläser								
Schott GLAS 8250	2,28	50 20 °C–300 °C	185	495	380	715	384	VACON 70 (KOVAR)- und Mo-Einschmelzglas
Schott GLAS 8482	2,34	49 20 °C–300 °C	–	493	393	738	416	
Schott GLAS 8487	2,25	39 20 °C–300 °C		523	420	760	275	zum Verschmelzen mit W-Drähten
Schott GLAS 8330 DURAN	2,23	32,5 20 °C–300 °C	250	530	430	815	248	typisches W-Einschmelzglas

^aMittlerer thermischer Längenausdehnungs-Koeffizient α mit Angabe des Temperaturbereichs, über den gemittelt wurde

^bTemperatur-Wechsel-Beständigkeit TWB

^cTransformationstemperatur ϑ_g

^dMaximale Ausheiztemperatur ϑ_a

^eErweichungstemperatur ϑ_e , definiert durch $\eta = 10^{6,6} \text{ kg m}^{-1} \text{ s}^{-1} = 4 \cdot 10^6 \text{ kg m}^{-1} \text{ s}^{-1}$

^f ϑ_{σ}^f Temperatur, bei der die elektrische Leitfähigkeit σ des Glases den Wert $\sigma = 100 \cdot 10^{-8} \Omega^{-1} \text{ m}^{-1}$ besitzt

Beginn und Ende des Transformationsgebietes sind durch die untere T_u und die obere T_o Kühltemperatur gekennzeichnet. Glas kann im Dauerbetrieb bis zu Temperaturen verwendet werden, die etwa 30 K niedriger sind als die untere Kühltemperatur. Bei längerer oder wiederholter Erhitzung über die sogenannte Entglasungstemperatur wird das Glas undurchsichtig. Es kristallisiert und „entglast“, wobei Volumenänderungen, Risse oder Sprünge entstehen.

Wasserhäute an Glasoberflächen müssen für hochvakuumtechnische Anwendungen durch Erhitzen (Abflammen oder Ausheizen im Ofen) entfernt werden. Dabei ist es unter Umständen erforderlich, bis nahe an die Erweichungstemperatur des Glases zu gehen.

Die Kenntnis der spezifischen Eigenschaften von Gläsern ist von hoher Bedeutung, da die Arten der zur Verfügung stehenden Gläser sehr vielfältig sind und die jeweiligen Eigenschaften (z. B. die maximale Temperaturbeständigkeit) in weiten Bereichen höchst unterschiedlich sind.

2.2.2 Eigenschaften der wichtigsten Gläser

Gläser werden nach ihrem mittleren linearen Ausdehnungskoeffizienten α eingeteilt in:

- Weichgläser ($60 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ – $120 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$)
- Hartgläser ($< 50 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$)
- Quarzgläser ($\approx 5 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$)

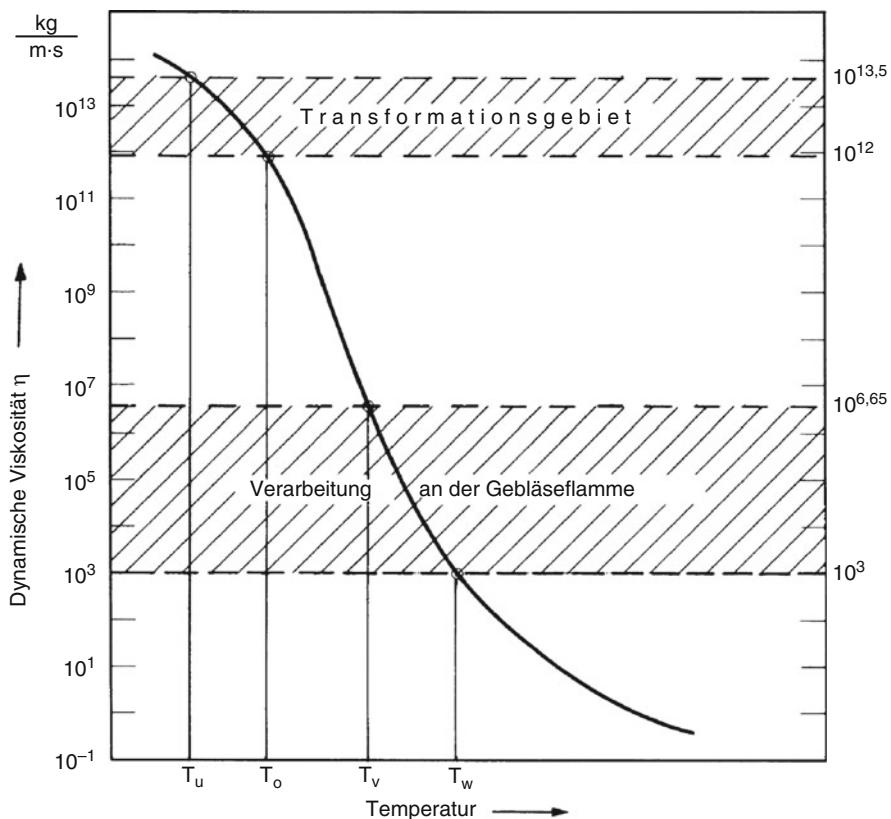


Abb. 1 Abhängigkeit der dynamischen Viskosität η von Glas von der Temperatur (schematisch). Untere Kühltemperatur T_u , obere Kühltemperatur T_o , Erweichungstemperatur T_w und Verarbeitungstemperatur T_v . ($1 \text{ kg m}^{-1} \text{ s}^{-1} = 1 \text{ Pa s} = 10 \text{ Poise (P)}$)

Darüber hinaus gibt es

- Sintergläser und
- auskristallisierte Gläser

Sie weisen eine große Bandbreite an unterschiedlichen physikalischen und chemischen Eigenschaften auf, die ihre unterschiedlichen Anwendungen bestimmen:

Weichgläser

Der SiO_2 -Gehalt von Weichgläsern ist relativ gering, der Gehalt an alkalischen Elementen ist relativ hoch. Typische Stoffanteile sind z. B.: 65 %–70 % SiO_2 ; 2,5 %–15 % Na_2O und 5 %–15 % CaO . Typische Vertreter von Weichglas sind in Deutschland das AR Glas der Ruhrglas AG, in Amerika das Glas 0010 der Dow Corning Glas Works, deren Ausdehnungskoeffizienten bei $90 \cdot 10^{-7} \text{ 1/K}$ liegen. In der Regel liegt die untere Kühltemperatur zwischen 370 °C und 450 °C.

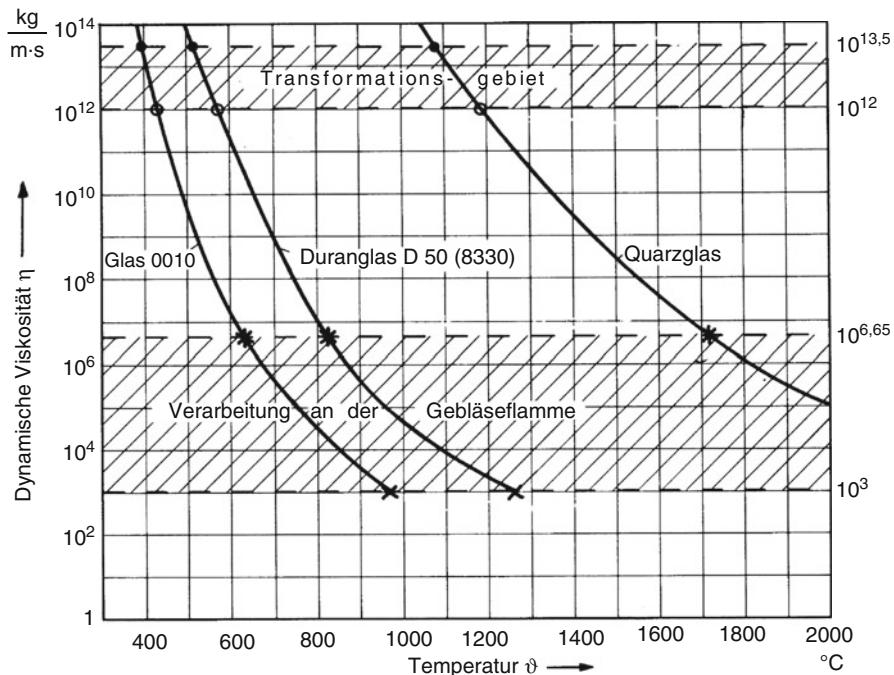


Abb. 2 Dynamische Viskosität η des Weichglases 0010 (Corning Glass Works, Corning, NY, USA), des Hartglases DURAN 50 (Jenaer Glaswerke Schott) und von Quarzglas (Heraeus Quarzglas) in Abhängigkeit von der Temperatur

Weichgläser werden vor allem wegen ihrer guten elektrischen Isoliereigenschaften sowie wegen ihrer geringen Durchlässigkeit für H₂ und He verwendet. Die Durchlässigkeit von Bleiglas, das in die Kategorie der Weichgläser gehört, beträgt nur 1/10.000 der Durchlässigkeit üblicher technischer Hartgläser.

Weichgläser weisen jedoch Eigenschaften auf, die ihre Verwendungs- oder Verarbeitungsmöglichkeiten begrenzen. Ihre Temperaturwechselbeständigkeit ist schlecht, d. h., Abkühlen und Aufheizen müssen sehr langsam erfolgen. Nach der Verarbeitung ist deshalb gutes Entspannen im Transformationsgebiet – mit nachfolgendem langsamem Abkühlen – erforderlich. Aus Abb. 2 wird ersichtlich, dass bei Weichgläsern die Temperaturen des Verarbeitungsgebietes von allen Gläsern am niedrigsten liegen und dass die „weichen“ Gläser bei niedrigen Temperaturen ein Viskositätsverhalten zeigen, das „harte“ Gläser erst bei höheren Temperaturen zeigen.

Ihre Verwendung in der Hochvakuumtechnik ist somit begrenzt, da die „Erweichung“ schon bei niedrigen Temperaturen einsetzt. Sie sind somit nicht in vollem Umfang ausheizbar.

Hartgläser

Hartgläser haben im Allgemeinen einen Stoffmengenanteil von mehr als 70 % SiO₂. Die Härte steigt im Allgemeinen mit zunehmendem Borgehalt. Die sogenannten

„Borosilikatgläser“ sind somit Hartgläser. Andere Handelsnamen sind „Pyrex“ oder „Duran“. Deren Ausdehnungskoeffizient liegt bei ca. $30 \cdot 10^{-7}$ 1/K. Das in der Vakuumtechnik beliebte Glas mit der Corning Nummer 7056 fällt in diese Gruppe.

Ihre Temperaturwechselbeständigkeit ist gut, da ihre untere Kühltemperatur über 500 °C liegt. Ebenso liegt das Transformationsgebiet bei relativ hohen Temperaturen (Abb. 2). Hartgläser sind somit für die Verwendung im Hoch – oder Ultrahochvakuumbereich besser geeignet als Weichgläser.

Quarzglas

Quarzglas ist reines SiO₂-Glas. Wegen des kleinen Ausdehnungskoeffizienten von $5 \cdot 10^{-7}$ K⁻¹ ist die Temperaturwechselbeständigkeit sehr gut.

Die Temperaturen für das Verarbeitungs- und Transformationsgebiet sind die höchsten aller bekannten Gläser (siehe Abb. 2). Es entgleist bei Temperaturen über 1100 °C und kann im Dauerbetrieb bis etwa 1050 °C benutzt werden. Quarz findet deshalb seine Anwendung in Vakuumöfen (Muffelöfen), die bei hohen Temperaturen arbeiten.

Da schon verhältnismäßig geringe Mengen von Alkalidämpfen die Entglasungstemperatur wesentlich herabsetzen, müssen Quarzgläser sorgfältig (getrennt von anderen Glassorten) verarbeitet werden.

Aufgrund seiner optischen Eigenschaften wird Quarz auch als Material für hochwertige Sichtfenster verwendet (siehe ► Kap. 33, „Bauelemente der Vakuumtechnik“).

Sinterglas und auskristallisierte Gläser

Sinterglas ist fein gemahlenes Glas, das nach dem Pressen zusammengesintert wird, so dass man leicht beliebige Formen pressen kann. Durch geeignete Pulverauswahl kann praktisch jeder Ausdehnungskoeffizient, der mit Gläsern erreichbar ist, hergestellt werden.

Auskristallisierte Gläser entstehen durch Zusatz von Kristallbildnern. Nach dem Formen, das wie beim gewöhnlichen Glas bei relativ niedrigen Temperaturen erfolgt, wird durch weiteres Erhitzen Rekristallisation herbeigeführt. Die so erzeugten Stoffe haben bessere thermische (und meist auch elektrische) Eigenschaften als das Ausgangsglas.

2.3 Keramische Werkstoffe

2.3.1 Allgemeines

Keramiken sind nichtmetallisch-anorganische Werkstoffe (zu mindestens 30 % kristallin) und werden in der Vakuumtechnik vor allem für Isolationszwecke verwendet. In diesem Abschnitt wird ein Überblick über ihre wichtigsten Eigenschaften gegeben.

Keramiken für Vakuumzwecke müssen dicht gebrannt sein. Hierzu müssen Brenntemperatur und -dauer geeignet gewählt werden. Häufig wird die Ausgangsmasse getrocknet, am besten im Vakuum. Oft ist es notwendig, die Keramiken zu glasieren, um die notwendige Dichtheit zu erzeugen. Es gibt die Hartglasur (Emailtechnik) auf

getrockneten oder vorgebrannten Scherben, oder die Weichglasur auf fertig gebrannten Scherben. Beim Brand ist stets mit einer Schrumpfung der Keramik zu rechnen. In der Regel werden fertig gebrannte Keramikteile durch Schleifen bearbeitet oder mit einer Diamantsäge geschnitten. Die Verwendung von Keramiken erfordert die Verwendung geeigneter Formen, die speziell hergestellt werden müssen.

2.3.2 Eigenschaften der wichtigsten keramischen Werkstoffe

Keramische Werkstoffe werden nach ihrer chemischen Zusammensetzung eingeteilt in:

- Silikat-Keramiken
- Reinoxid-Keramiken und in
- spezielle Keramiken, z. B. Glaskeramik

Diese besitzen unterschiedliche Eigenschaften, die das jeweilige Einsatzgebiet in der Vakuumtechnik bestimmen.

Silikat-Keramiken sind Mischungen anorganischer kristalliner Stoffe mit glasartigen Fluss- oder Bindemitteln. Dies sind Porzellane (Massenanteile etwa 6 %–8 % ungelöste Quarztrümmer, etwa 26 % Mullite und etwa 66 % Feldspatkieselsäure), Steatite, Forrestite und Keramiken mit hohem Al_2O_3 -Anteil.

Sie besitzen keinen definierten Schmelzpunkt und ähneln in den meisten Eigenschaften den Hartgläsern. Sie haben den Vorteil höherer Temperaturfestigkeit und besserer mechanischer wie auch besserer elektrischer Eigenschaften. Ihre Brenntemperatur beträgt 1300 °C bis 1500 °C. Fast alle Porzellane, Steatite und Forrestite können bis ca. 1000 °C, hoch Al_2O_3 -haltige Keramiken bis etwa 1350 °C verwendet werden.

Reinoxid-Keramiken bestehen aus Aluminium-, Beryllium-, Zirkon- oder Magnesiumoxid in kristalliner Form. Sie besitzen einen definierten Schmelzpunkt. Ihre Brenntemperatur beträgt ungefähr 1800 °C bis 2000 °C. In der Vakuumtechnik wird vor allem Aluminiumoxid (Al_2O_3) eingesetzt. Gegenüber Silikat-Keramiken zeichnet sich dieses vor allem aus durch höhere Temperaturfestigkeit (maximale Verwendungstemperatur 1800 °C), durch eine gute Temperaturwechselbeständigkeit sowie durch bessere mechanische und elektrische Eigenschaften. Zirkonoxid findet seine Anwendung in den Fällen, wo noch höhere Temperaturbeständigkeit als bei Al_2O_3 gefordert ist. Berylliumoxid wird aufgrund der toxischen Eigenschaften des Materials weniger eingesetzt, während die Verwendung von Magnesiumoxid auf niedrige Temperaturbereiche beschränkt ist.

Glaskeramik ist eine kristalline Keramik, die aus dem normalen amorphen Zustand mittels kristallbildender Zusätze und Wärmebehandlung in die kristalline Struktur überführt wurde. Sie kann im gebrannten Zustand mit üblichen Werkzeugen maschinell bearbeitet werden [1]. Das Material ist unter dem Namen „Macor“ im Handel und hat die Nummer Corning 9658. Sein mittlerer thermischer Ausdehnungskoeffizient ist gleich dem handelsüblicher technischer Weichgläser (siehe Tab. 4). Die maximale Arbeitstemperatur beträgt 1000 °C. Macor lässt sich metallisieren und wird für Stromdurchführungen, zur Herstellung elektrischer Isolatoren

und vakuumdichter keramischer Formkörper verwendet. Die Anwendung muss sorgfältig gewählt werden, da Macor bei hoher Temperatur erweicht.

2.3.3 Keramik in der Vakuumtechnik

In der Vakuumtechnik werden vor allem Keramiksorten eingesetzt, die im Wesentlichen aus Al_2O_3 (Stoffmengenanteil >92 %) bestehen. Der Grund besteht in den oben erwähnten Vorteilen von Al_2O_3 -Keramik, die gleichzeitig zu wirtschaftlichen Preisen beschaffbar ist. Al_2O_3 -Keramik wird für thermisch und elektrisch hoch beanspruchte Leistungskomponenten, (Senderöhren), für Vakuumkammern in Beschleunigern oder für Stromdurchführungen verwendet. Besondere Bedeutung hat Al_2O_3 -Keramik als elektrische Isolierung von Stromdurchführungen, die hoch ausheizbar sind (300 °C und mehr).

Eine Sonderform von Al_2O_3 ist Saphir. Saphir ist mono-kristallines Al_2O_3 und zeichnet sich durch hohe Strahlendurchlässigkeit (im Infrarot und UV) aus. Saphirscheiben werden als ausheizbare Einblickfenster verwendet.

2.3.4 Verbindungstechnologien für Keramiken mit Metallen

Zur Herstellung von Verbindungen von Keramiken mit Metall sind besondere Techniken und Verfahren notwendig, da Keramiken normalerweise nicht schweißbar oder lötbar sind. Vielmehr muss die Oberfläche der Keramik im Bereich der Fügestelle durch Metallisierung oder Aktivierung entsprechend vorbereitet werden. Ansonsten wäre eine dauerhafte Fügeverbindung, die in der Regel durch Löten erfolgt, nicht herzustellen.

Die Techniken zur Herstellung einer vakuumdichten, permanenten Keramik-Metall-Verbindung sind als Molybdän-Mangan und als Titan-Hydrid-Verfahren bekannt geworden. Über diese Verfahren wird in Abschn. 2.3 berichtet.

2.3.5 Zeolithe

Zeolithe sind stark poröse Aluminiumoxid-Silikate mit Alkali-Metallen. Sie werden in der Industrie als Trockenmittel verwendet. Künstlich hergestellte Zeolithe sind durch eine einheitliche Porengröße gekennzeichnet. Sie dienen in der Vakuumtechnik zur Adsorption von Wasserdampf, von Öldämpfen und einer Reihe anderer Gase. Die Adsorptionswirkung wird durch Kühlung auf die Temperatur des flüssigen Stickstoffs erhöht (siehe ► Abschn. 2 in Kap. 20, „Passive Sorptionspumpen“). Umgekehrt können Zeolithe durch Erwärmen fast völlig regeneriert werden.

2.4 Kunststoffe

2.4.1 Allgemeines

Kunststoffe werden in der Vakuumtechnik vor allem für Dichtungszwecke eingesetzt. Kunststoffe bestehen aus organischen Makromolekülen, die mehr oder weniger stark vernetzt sind. Zur Erzeugung bestimmter Eigenschaften dienen Zusatzstoffe wie z. B. Weichmacher, die die Bindungskräfte zwischen den Molekülen herabsetzen, und Füllstoffe.

2.4.2 Eigenschaften der wichtigsten Kunststoffe

Die Hauptgruppen der in der Vakuumtechnik verwendeten Kunststoffe (Tab. 5) sind: Elastomere, Thermoplaste, Duroplaste. Diese unterscheiden sich in ihrem Aufbau und in ihren Eigenschaften:

Bei *Elastomeren* sind die fadenförmigen Makromoleküle durch mehr oder weniger starke chemische Bindungen verknüpft. Sie sind Werkstoffe mit gummiähnlichen Eigenschaften und lassen sich somit bei Zug- und Druckbeanspruchungen leicht verformen, wobei das Gesamtvolumen des Kunststoffkörpers nicht verändert wird und bei Entlastung der Körper seine ursprüngliche Form wieder annimmt.

Tab. 5 Vakuumtechnisch bedeutsame Elastomere(*) und Thermoplaste(**)

Kurzzeichen (DIN ISO 1629)	Erläuterung	Handelsname	besondere kennzeichnende Eigenschaften	Verwendung in der Vakuumtechnik
Gummi NR	Naturkautschuk			flexible Verbindung, dickwandiger Gummischlauch
PVC weich**	hochpolymeres Polyvinylchlorid		chemisch resistent, niedriger Preis	flexible Verbindung, Vakuumschlauch zur Verwendung im Grob- und Feinvakuum
NBR	Acryl-nitrilbutadien Kautschuk	Perbunan N	resistent gegen Öl, gute mechanische Eigenschaften, niedriger Preis	allgemein im Hochvakuum verwendetes Dichtungsmaterial; Dichtringe; Temperaturbereich –25 °C bis +80 °C
CR*	Polychlorbutadien	Neoprene	wie 3	wie 3
MVQ	Silikonkautschuk	Silopren	temperaturbeständig bis maximal 150 °C dauernd	nur noch selten verwendet bei Temperaturen bis 150 °C
FPM*	Vinyldienfluorid -Hexafluorpropylen- Copolymerisate (Fluorkautschuk)	Viton	temperaturbeständig von –10 °C bis +200 °C	in der Hochvakuumtechnik weitgehend verwendet als Dichtungsmaterial zwischen ausheizbaren Flanschen ($\varnothing < 200 \text{ °C}$)
PTFE*	Polytetrafluoräthylen	Teflon Hostafalon Halon	temperaturbeständig bis maximal 300 °C, (unbelastet) sehr geringe Gasabgabe	als Balgmaterial im Hoch- und Ultrahochvakuum
CFM* (PCTFE)	Polytrifluorchloräthylen	Kel F	ähnlich wie 7, jedoch bis zu sehr tiefen Temperaturen verwendbar	Ventildichtung in Ventilen der Tieftemperaturtechnik
-	Copolymer von Tetrafluoräthylen Perfluormethylvinyläther	Kalrez [2]	hohe Temperaturbeständigkeit (300 °C) und chemische Beständigkeit	O-Ringe, Schläuche, Platten

Deshalb sind diese Werkstoffe für Dichtungen besonders geeignet. Unter diese fallen die Werkstoffe Perbunan (NBR), Viton, Kalrez, Chemraz, Silikon. Naturgummi wird aus Gründen der geringeren Öl- und Abriebfestigkeit kaum eingesetzt [3, 4].

In *Thermoplasten* sind die Makromoleküle fadenförmig gestaltet. Sie sind Werkstoffe, die bei Normaltemperatur mehr oder weniger hart sind. Diese Werkstoffe können klebrig weich sein, wenn die Molekülfäden nur kurz sind, während Werkstoffe mit langen Molekülfäden zähweich, elastisch oder gummiartig sein können, je nach Art und Menge des Weichmacherzusatzes. Bei höherer Temperatur (ca. 100 °C) nimmt die Beweglichkeit der Makromoleküle zu, so dass die Werkstoffe dann plastisch verformbar werden.

In *Duroplasten* sind die Fadenmoleküle räumlich vernetzt. Sie sind auch bei höheren Temperaturen hart. In der Vakuumtechnik werden Epoxidharze (z. B. Handelsname Araldit) eingesetzt. Dies sind thermisch irreversible Kitte, die aus einer Harzlösung und einem Härter hergestellt werden. Die Komponenten werden getrennt aufbewahrt und erst unmittelbar vor dem Fügen zusammengebracht. Kalthärtende Versionen sind bis 100 °C einsetzbar, warm härtende bis etwa 180 °C. Sie haften gut an Metallen, Glas und Keramik. Bei sorgfältiger Verarbeitung (ausgehärtet, getrocknet) ist die Gasabgabe in etwa den Werkstoffen Teflon und Hostaflon vergleichbar.

Die Gasabgabe und die Gasdurchlässigkeit der gummiähnlichen Werkstoffe (Elastomere) werden in Abschn. 3.3 und 3.2.3 behandelt.

2.5 Vakuumfette

Oft ist es in der Vakuumtechnik unvermeidlich, Fette zur Abdichtung oder Schmierung zu verwenden (Tab. 6). Die Forderungen an diese Fette sind niedriger Dampfdruck und hohe Viskosität. Da diese Forderungen sich teilweise widersprechen, kann die Gasabgabe der Fette beträchtlich sein. Die Fette sollen deshalb immer so dünn wie möglich aufgetragen werden. Ihr Einsatz in der Vakuumtechnik ist begrenzt, besonders im Hoch- oder Ultrahochvakuum.

Tab. 6 Im Vakuum verwendbare Fette oder Öle und deren Eigenschaften

Art	Verwendung	Dampfdruck bei 20 °C in Pa	Tropfpunkt in °C	Max. Arbeitstemperatur in °C
Ramsay-Fett zäh Ramsay-Fett weich	Fetten von Schliffen und Hähnen bis > 1 Pa	10 ⁻²	>56	30
Gleitlen	Schmierung von Rührwellen	10 ⁻²	>50	30
Lithelen	Fetten von Schliffen und Hähnen unter 1 Pa	10 ⁻⁸	>210	150
Silikon-Hochvakuumfett	Fetten von Schliffen und Hähnen unter 1 Pa	k. A.	>200 Polymerisation	180
Dynafat	Schmierung von Dichtringen	k. A.	148	110
Diffelen Ultratherm 2000	Drehdurchführungen Schmierung	2 · 10 ⁻⁷ < 10 ⁻⁷	k. A. k. A.	120 mind. 150

2.6 Öle

Öle werden als Schmiermittel und Dichtmittel in Vorpumpen, vor allem Drehschieberpumpen und als Treibmittel in Öldiffusionspumpen eingesetzt. Bei Ölen für Vorpumpen ist der Dampfdruck bei Zimmertemperatur nicht entscheidend, vielmehr muss die Viskosität im geeigneten Bereich liegen. Hier werden Mineralöle auf Kohlenwasserstoffbasis eingesetzt. Spezialanwendungen (Sauerstoffbetrieb) benötigen Spezialöle. Öle für Diffusionspumpen müssen sorgfältig ausgewählt werden (siehe ► Abschn. 4.2 in Kap. 18, „Treibmittelpumpen“). Hier werden fast immer Silikonöle eingesetzt. Sie müssen niedrigen Dampfdruck bei Zimmertemperatur, hohe thermische Stabilität, hohe Resistenz gegen Luftsauerstoff im heißen Zustand, hohes Molekulargewicht, keine Brennbarkeit und keine toxischen Eigenschaften aufweisen. Ansonsten würden Saugvermögen, Endvakuum und Umweltverträglichkeit beeinträchtigt.

2.7 Kühlmittel

Als Kühlmittel werden Wasser (bei Diffusionspumpen, Turbopumpen, Ölabscheidern), flüssiger Stickstoff (Sorptionspumpen, Fallen) oder flüssiges Helium (Kryopumpen, Kryostaten, Supraleiter) eingesetzt (Tab. 7). Die Verwendung von flüssiger Luft stellt ein erhebliches Gefahrenpotenzial dar und sollte vermieden werden. Da der Siedepunkt von Stickstoff $-196\text{ }^{\circ}\text{C} = 77\text{ K}$ beträgt, der Siedepunkt von Sauerstoff aber $-183\text{ }^{\circ}\text{C} = 90\text{ K}$, würde aus einem Vorrat an frischer flüssiger Luft Stickstoff rascher verdampfen. Die Mischung würde sich somit mit Sauerstoff anreichern und eine erhebliche Gefahrenquelle darstellen.

3 Gasdurchlässigkeit und Gasabgabe von Werkstoffen

3.1 Allgemeines

Die Leistungsdaten einer Vakuumkammer werden durch den Enddruck festgelegt, der erreicht werden kann. Dieser hängt im Allgemeinen ab von der Gasdurchlässigkeit der Umhüllung, der Gasabgabe durch das Kammerinnere und dem Gasdurch-

Tab. 7 Vakuumtechnisch bedeutsame Kühlmittel und ihre Einsatzgebiete

Kühlmittel	Einsatzgebiet
Wasser	große mechanische Pumpen Diffusionspumpen bestimmte Typen von Ölfängern, Kühltemperatur etwa $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ein- oder zweistufige Kühlaggregate, Kühltemperatur etwa $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$
flüssiger Stickstoff	Sorptionspumpen Kälteschilde
flüssiges Helium	Badkryostate Verdampferkryostate Kryopumpen

gang durch eventuell vorhandene Poren, Kapillaren oder sonstige Lecks. Die Kenntnis dieser Mechanismen und das spezifische Verhalten der Werkstoffe sind von entscheidender Bedeutung für Auslegung und Betrieb von Vakuumsystemen.

In den folgenden Abschnitten werden Gasdurchlässigkeit und Gasabgabe von Werkstoffen diskutiert und das Verhalten einzelner Werkstoffe erläutert, soweit dies im Rahmen einer modellhaften und phänomenologischen Darstellung möglich ist. Bezuglich der theoretischen Grundlagen sei auf das ► [Kap. 6, „Strömung von Gasen“](#) verwiesen. Der Gasdurchgang durch eventuell vorhandene Poren, Kapillaren oder sonstige Lecks, die in einem Werkstoff vorhanden sein können, wird im ► [Kap. 38, „Lecksuchtechniken“](#) dieses Buches behandelt.

3.2 Gasdurchlässigkeit

Der Gesamtorgang der Gasdurchlässigkeit wird Permeation genannt. Er besteht aus den Einzelprozessen der Adsorption an der Wandoberfläche auf der Atmosphärenseite, der Diffusion durch die Wand und der Desorption von der Wandoberfläche auf der Vakuumseite. Die Gasdurchlässigkeit einer Wand lässt sich durch die Größe der Permeationsleitfähigkeit beschreiben. Diese kann in einem Modell hergeleitet werden, die auf der Annahme einer „ohmschen“ Abhängigkeit von der Wandfläche A und der Wanddicke d beruht:

Die Wand habe die Dicke d , die Fläche A und die Temperatur T . Die Drücke beiderseits der Wand seien p_1 und p_2 . Die Gasdurchlässigkeit dieser Wand wird durch den Permeationsstrom q wiedergegeben, der proportional der Wandfläche A und in guter Näherung umgekehrt proportional der Wanddicke d ist. q hängt außerdem, in einer nicht einfachen Weise, von der Wandtemperatur T und von den Drücken p_1 und p_2 zu beiden Seiten der Wand ab. Damit gilt:

$$q = f(T)f(p_1, p_2) \frac{A}{d} \quad (1)$$

Der Permeationsstrom q kann als pV -Stromstärke q_{PV} in der Einheit Pa L s^{-1} angegeben werden. Er wird häufig auf die Fläche $A = 1 \text{ m}^2$, die Dicke $d = 1 \text{ mm}$ und die Druckdifferenz $101,3 \text{ kPa}$ bezogen. Dieser bezogene Permeationsgasstrom (die „Permeationsleitfähigkeit“) ist definiert durch:

$$\bar{q}_{\text{perm}} = q_{PV} \frac{d}{A} \cdot \frac{1}{p_1 - p_2} \quad (2)$$

Die *Permeationsleitfähigkeit* wird im Folgenden für Metalle, Gläser, Keramiken und Kunststoffe näher diskutiert.

3.2.1 Gasdurchlässigkeit von Metallen

Die *Permeationsleitfähigkeit* \bar{q}_{perm} ist in den Abb. 3 und 4 für eine Reihe von Gas-Metall-Kombinationen in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen.

Man sieht, dass bei Zimmertemperatur die Gasdurchlässigkeit sehr gering ist. Wasserstoff durchdringt Metalle am leichtesten, wobei das Metall Palladium am

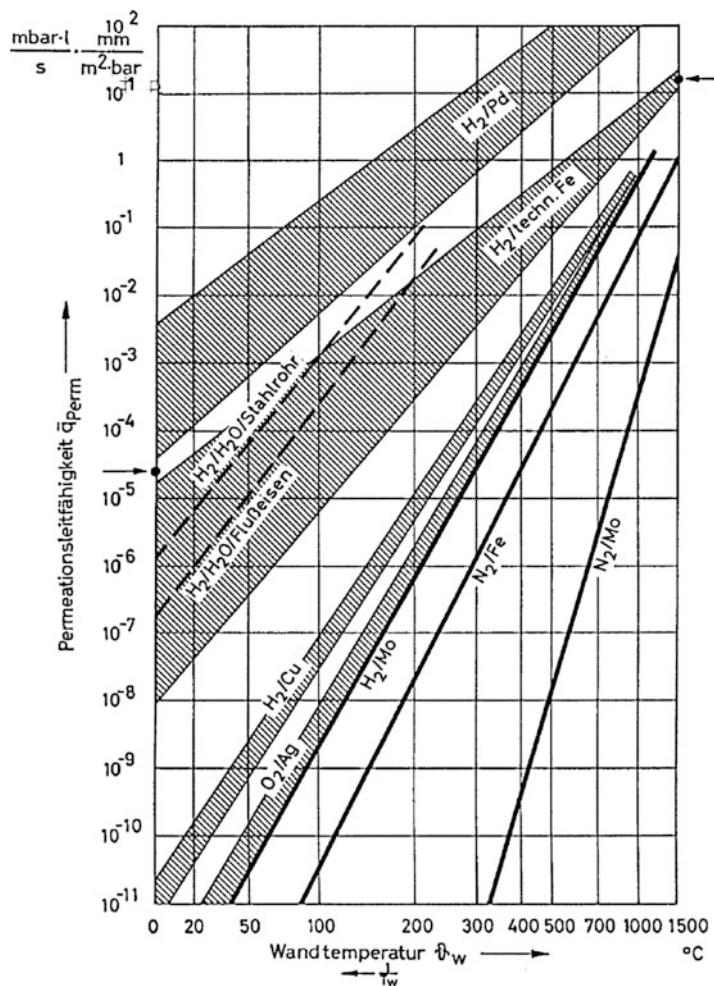


Abb. 3 Permeationsleitfähigkeit verschiedener Gase durch Metalle in Abhängigkeit von der Wandtemperatur

leichtesten für Wasserstoff durchlässig ist. Beheizte Palladiumrohre können aus diesem Grund dazu benutzt werden, reinen Wasserstoff in eine Vakuumkammer einzulassen. In der Fusionstechnologie wird die Permeation von Deuterium und Tritium eingehend untersucht.

Die Wasserstoffdurchlässigkeit von Edelstahl ist geringer als die Wasserstoffdurchlässigkeit von Normalstahl. Trotzdem ist im Normalfall auch bei Eisen die Wasserstoffpermeation bei Raumtemperatur wegen des geringen Wasserstoffgehalts der Luft kein Problem. Wie bei allen Diffusionsvorgängen steigt die Wasserstoffdiffusion und damit die Permeationsrate bei erhöhten Temperaturen an [6].

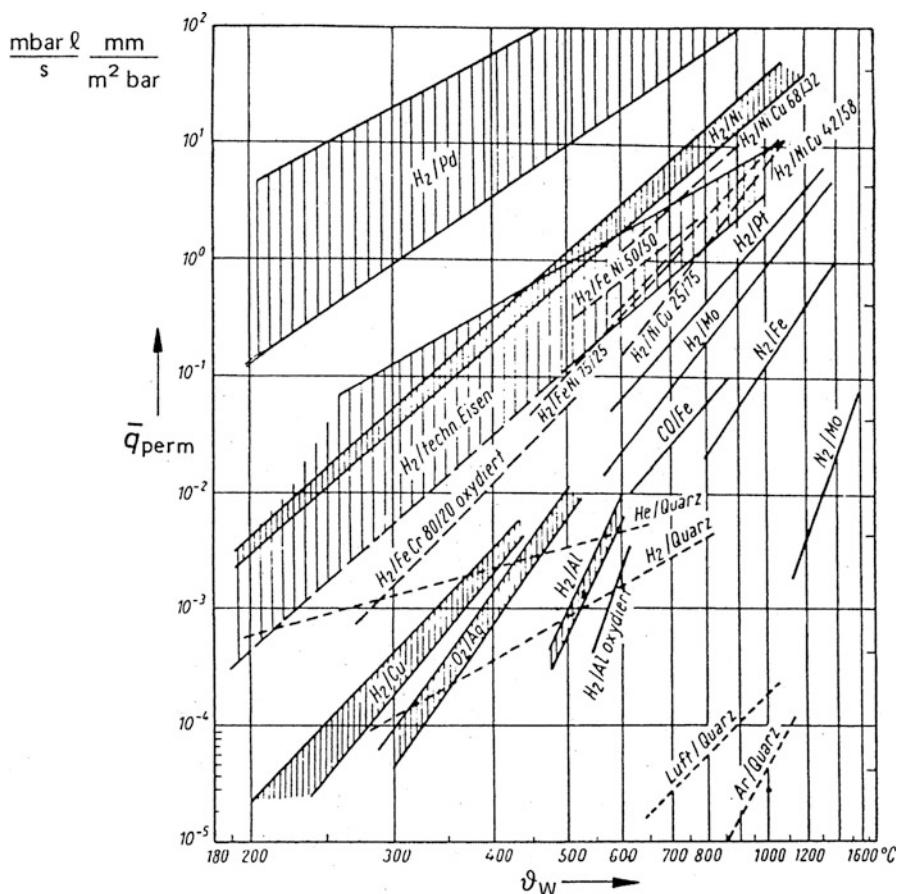


Abb. 4 Permeationsleitfähigkeit \bar{q}_{perm} gemessen bei $p_1 = 1013$ mbar, $p_2 = 0$, verschiedener Metalle und Metalllegierungen für die Gase H₂, N₂, O₂ und CO. Zum Vergleich Werte von Quarzglas für He, H₂, Luft und Ar. ϑ_w = Temperatur des Feststoffes (Wandtemperatur). Aus [5]

Ein Sonderfall unter den Metallen ist Silber, das gut durchlässig für Sauerstoff ist.

3.2.2 Gasdurchlässigkeit von Gläsern und Keramiken

Die Permeationsleitfähigkeit \bar{q}_{perm} ist in Abb. 5 für eine Reihe von Gas-Glas-Systemen angegeben. Für Keramiken liegen leider keine vergleichenden Messungen vor.

Die Gasdurchlässigkeit von Quarzglas kann gemäß Beispiel 1 abgeschätzt werden:

Beispiel 1

Abschätzung der Heliumpermeation für Quarzglas für atmosphärische Umgebungsbedingungen. Für Nichtmetalle ist der Permeationsgasstrom q_{pv} der Druckdifferenz $p_1 - p_2$ proportional, es gilt das „Ohm’sche Gesetz“ $q_{pv} = \bar{q}_{\text{perm}}(T) \cdot (p_1 - p_2) \cdot A/d$ (Gl. 1).

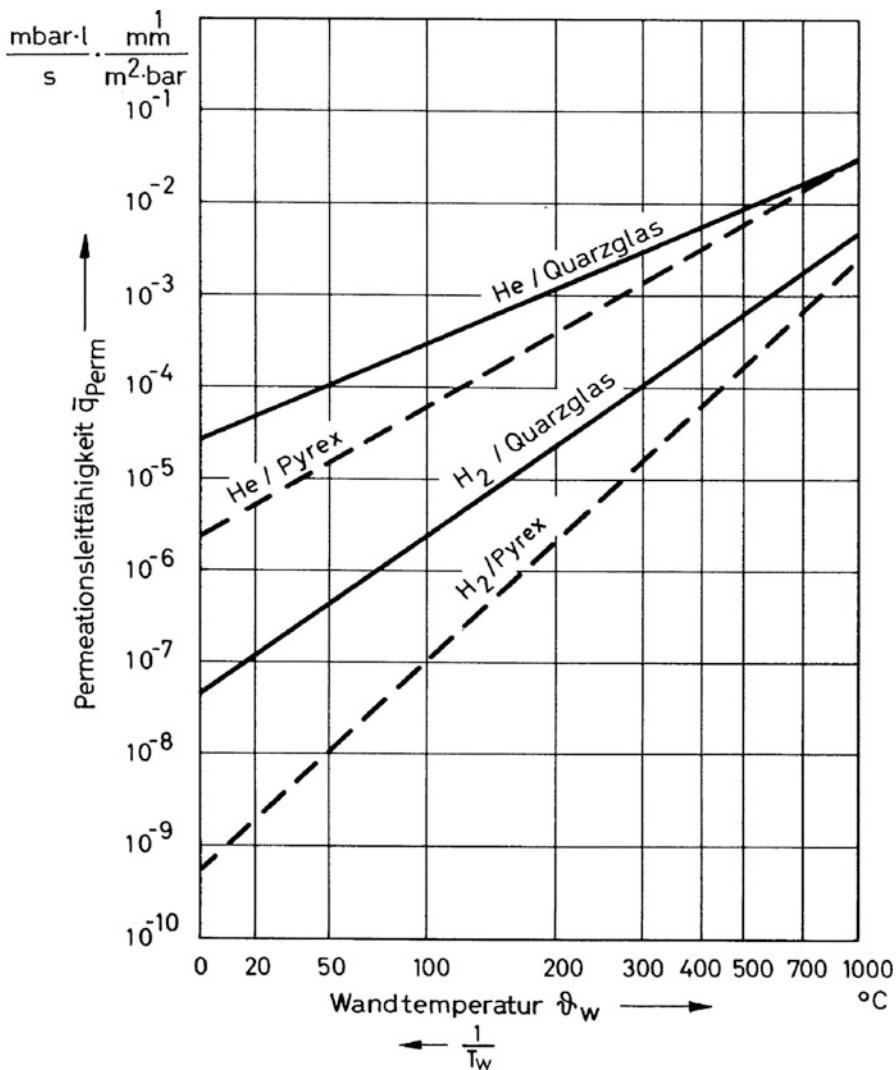


Abb. 5 Permeationsfähigkeit \bar{q}_{perm} für verschiedene Gläser und Gase in Abhängigkeit von der Wandtemperatur. Die Abszisse Teilung entspricht einer Auftragung von $1/T_w$ nach links

Somit lässt sich aus den Werten von \dot{q}_{perm} in Abb. 5 der Permeationsgasstrom berechnen. Der Partialdruck von Helium in Luft beträgt 0,53 Pa. Nach Abb. 5 beträgt \dot{q}_{perm} bei 20 °C:

$$\bar{q}_{\text{perm}} = 5,3 \cdot 10^{-5} \text{ mbar L s}^{-1} \text{ mm m}^{-2} \text{ bar}^{-1} (5,3 \cdot 10^{-8} \text{ Pa L s}^{-1} \text{ mm m}^{-2} \text{ Pa}^{-1})$$

Bei einer Stärke des Glases von 2 mm und einer Fläche von 0,5 m² beträgt somit der „Leckstrom“ durch die Wand:

$$\begin{aligned}q_{pv} &= 5 \cdot 10^{-5} \text{ mbar L s}^{-1} \text{ mm m}^{-2} \text{ bar}^{-1} \cdot 5,3 \cdot 10^{-3} \text{ mbar} \cdot 0,5 \text{ m}^2 / 2 \text{ mm} \\&= 6,6 \cdot 10^{-11} \text{ mbar L s}^{-1} (6,6 \cdot 10^{-9} \text{ Pa L s}^{-1})\end{aligned}$$

Quarzglas besitzt eine relativ große Durchlässigkeit für Helium und in geringem Maße auch für Wasserstoff bereits bei Zimmertemperatur. Die Durchlässigkeit für Helium sinkt jedoch mit abnehmendem SiO₂-Gehalt. Sie ist somit für Weichgläser niedriger als für Hartgläser.

3.2.3 Gasdurchlässigkeit von Kunststoffen [5]

Die Permeationsleitfähigkeit \bar{q}_{perm} von Kunststoffen ist in Abb. 6 angegeben. Die Durchlässigkeit für atmosphärische Luft steigt stark mit zunehmender Luftfeuchte. In Abb. 6 sind die Werte für 60 % Luftfeuchte angegeben. Da die Gasdurchlässigkeit von Kunststoffen auch sehr stark von der Art des Kunststoffes und den Zusatzstoffen abhängt, sind diese Werte nur als Richtwerte zu betrachten.

Die Gasdurchlässigkeit von Rundschnurtringen kann gemäß Gl. 2 abgeschätzt werden:

Beispiel 2

Abschätzung der Permeation für Rundschnurdichtungen. Die Rundschnurdichtung habe die Länge 1 m und den Durchmesser 5 mm. Im verpressten Zustand sei die Höhe der Dichtung 2,5 mm und die Dicke 8 mm. Als Permeationsfläche ergibt sich somit:

$$A = 1 \text{ m} \cdot 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ m} = 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2$$

Die Permeationsleitfähigkeit nach Abb. 6 beträgt bei 20 °C:

$$\begin{aligned}\bar{q}_{\text{perm}} &= 2 \cdot 10^{-2} \text{ mbar L s}^{-1} \text{ mm m}^{-2} \text{ bar}^{-1} (2 \cdot 10^{-5} \text{ Pa L s}^{-1} \text{ mm m}^{-2} \text{ Pa}^{-1}) \text{ für Perbunan} \\ \bar{q}_{\text{perm}} &= 3 \cdot 10^{-3} \text{ mbar L s}^{-1} \text{ mm m}^{-2} \text{ bar}^{-1} (3 \cdot 10^{-6} \text{ Pa L s}^{-1} \text{ mm m}^{-2} \text{ Pa}^{-1}) \text{ für Viton} \\ \bar{q}_{\text{perm}} &= 3 \cdot 10^{-1} \text{ mbar L s}^{-1} \text{ mm m}^{-2} \text{ bar}^{-1} (3 \cdot 10^{-4} \text{ Pa L s}^{-1} \text{ mm m}^{-2} \text{ Pa}^{-1}) \text{ für Silikongummi}\end{aligned}$$

Für die verschiedenen Dichtungsmaterialien ergeben sich somit nach Gl. 2 folgende Permeationsraten:

$$\begin{aligned}q_{\text{pv}} &= 2 \cdot 10^{-2} \text{ mbar L s}^{-1} \text{ mm m}^{-2} \text{ bar}^{-1} \cdot 1 \text{ bar} \cdot 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2 / 8 \text{ mm} \\&= 6,25 \cdot 10^{-6} \text{ mbar L s}^{-1} (6,25 \cdot 10^{-4} \text{ Pa L s}^{-1}) \text{ für Perbunan} \\q_{\text{pv}} &= 9,4 \cdot 10^{-7} \text{ mbar L s}^{-1} (9,4 \cdot 10^{-5} \text{ Pa L s}^{-1}) \text{ für Viton} \\q_{\text{pv}} &= 9,4 \cdot 10^{-5} \text{ mbar L s}^{-1} (9,4 \cdot 10^{-3} \text{ Pa L s}^{-1}) \text{ für Silikongummi}\end{aligned}$$

Kunststoffe, wie Viton, Perbunan und Silikongummi, die bevorzugt als O-Ringdichtungen verwendet werden, sind für Helium durchlässig. Dies muss

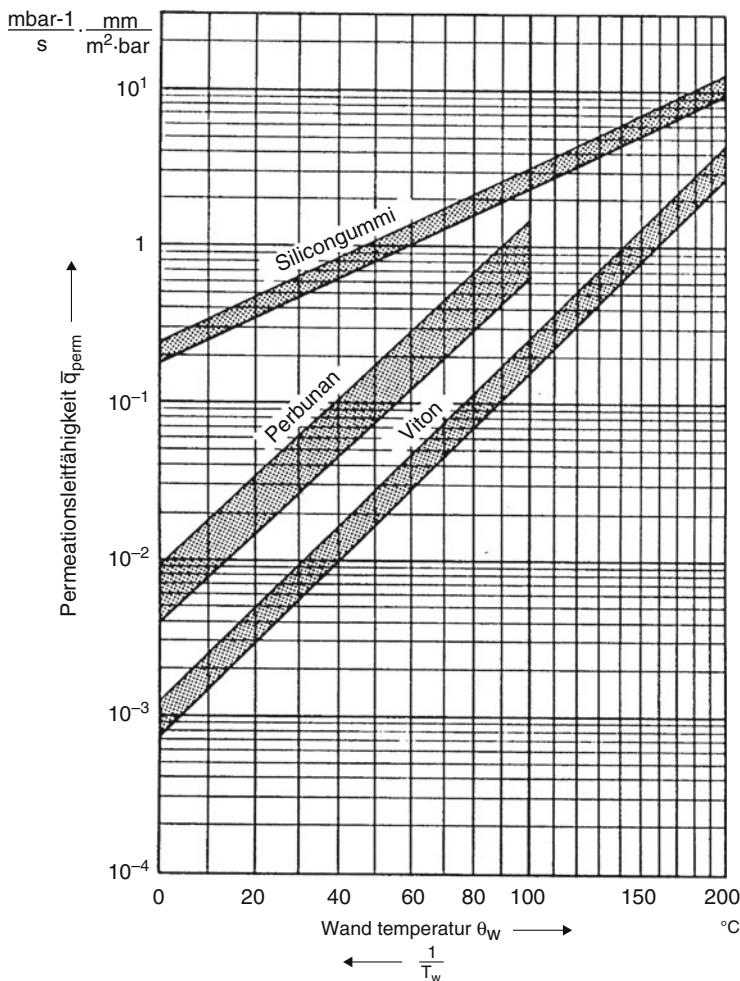


Abb. 6 Permeationsleitfähigkeit \bar{q}_{perm} für verschiedene gummielastische Stoffe, die als Dichtmittel verwendet werden, in Abhängigkeit von der Temperatur. Die Abszisse teilung entspricht einer Auftragung von $1/T_w$ nach links. Mitteilung W. Beckmann, Fa. Carl Freudenberg, Weinheim, Bergstraße

bei der Durchführung einer Lecksuche mit Helium beachtet werden. Die entsprechenden Regionen müssen dann vor übergroßer Beaufschlagung mit Helium geschützt werden. Die Durchlässigkeit ist hierbei für Viton am geringsten, für Silikongummi am höchsten. Perbunan nimmt eine Mittelstellung ein. Für Epoxidharze beträgt die Permeationsleitfähigkeit für Wasserdampf bei Raumtemperatur etwa $q_{\text{perm}} = 10^{-1}$ mbar L s⁻¹ mm m⁻² bar⁻¹ (10^{-4} Pa L s⁻¹ mm m⁻² Pa⁻¹). Diese Stoffe stellen damit stets eine Quelle für Wasserdampf dar, der im Vakuum unerwünscht ist.

3.3 Gasabgabe

3.3.1 Allgemeines

Jeder feste Körper gibt im Vakuum Gas ab. Die Gasabgabe setzt sich aus den drei Quellen Eigendampfdruck (Sättigungsdampfdruck) des Festkörpers, Desorption von Gasen, die an der Oberfläche adsorbiert sind und Diffusion gelöster oder absorbiert Gase aus dem Inneren des Festkörpers an die Oberfläche zusammen. Die physikalischen Vorgänge wurden im ► Kap. 11, „Sorption und Diffusion“ behandelt. In diesem Abschnitt sollen vor allem praktikable Zahlenwertgleichungen und konkrete Werte angegeben werden.

3.3.2 Sättigungsdampfdruck

Jeder Stoff steht im abgeschlossenen System mit seiner Dampfphase im thermodynamischen Gleichgewicht. Der sich dabei einstellende Dampfdruck p_s heißt Eigendampfdruck oder auch Sättigungsdampfdruck (siehe auch ► Abschn. 3 in Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“). Er steigt mit der Temperatur an. Für den Sättigungsdampfdruck lässt sich eine Zahlenwertgleichung aus den folgenden Überlegungen ableiten:

Die flächenbezogene Teilchenverdampfungsrate ist durch Gl. 23 in ► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“ gegeben; die flächenbezogene Massenverdampfungsrate ist durch Gl. 24 in ► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“ gegeben; deren Zahlenwertgleichung lautet:

$$(j_m)_{\max} = 0,438 \sigma_K \sqrt{\frac{M_r}{T}} \cdot p_s(T) \quad (3)$$

j_m wird hier in $\text{kg m}^{-2} \text{ s}^{-1}$, T in K, p_s in mbar (10^2 Pa) angegeben. M_r ist das Molekulargewicht, σ_K ist die Kondensationswahrscheinlichkeit (vgl. Abschn. 4 und Tab. 5 in ► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“).

Aus Gl. 3 ergibt sich somit für den Sättigungsdampfdruck

$$p_s(T) = 2,28 \frac{1}{\sigma_K} \sqrt{\frac{T}{M_r}} (j_m)_{\max} \quad (4)$$

Die Sättigungsdampfdruckkurve gibt den Zusammenhang zwischen dem Sättigungsdampfdruck und der Temperatur wieder. Diese ist für die Vakuumtechnik von besonderer Bedeutung. Auf den Sättigungsdampfdruck von Metallen und von Nichtmetallen wird nun näher eingegangen:

Sättigungsdampfdruck von Metallen

Die Dampfdruckkurven von Metallen sind in den Abbildungen des Abschnitts 3 in ► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“ zusammengefasst. Tab. 8 gibt die Schmelz-

Tab. 8 Schmelztemperatur ϑ_E und Temperatur $\vartheta(10^{-5})$ beim Dampfdruck $p_d = 10^{-5}$ Torr = $1,33 \cdot 10^{-5}$ mbar für einige vakuumtechnisch wichtige Werkstoffe. Bei den mit *) gekennzeichneten Stoffen ist $\vartheta(10^{-5}) > \vartheta_E$

Werkstoff	$\vartheta_E/^\circ\text{C}$	$\vartheta(10^{-5})/^\circ\text{C}$
Quecksilber*)	-39	-15
Kadmium	321	145
Zink	419	210
Magnesium	650	280
Blei*)	327	500
Indium*)	156	650
Silber	961	785
Zinn*)	232	850
Aluminium*)	659	895
Kupfer	1083	955
Stahl (Eisen)	1535	1045
Nickel	1453	1050
Gold*)	1063	1090
Titan	1690	1327
Molybdän	1622	1930
Tantal	2696	2400
Wolfram	3382	2570

punkte und die Temperaturen an, bei denen die betreffenden Elemente einen Dampfdruck von $1,33 \cdot 10^{-3}$ Pa haben. Die mit *) gekennzeichneten Elemente erreichen $1,33 \cdot 10^{-3}$ Pa erst im geschmolzenen Zustand.

Man sieht, dass zwischen Schmelzpunkt und Sättigungsdampfdruck kein eindeutiger Zusammenhang besteht. Betrachtet man Sättigungsdampfdrücke und Schmelzpunkte, so erkennt man, dass die Metalle Kadmium, Zink, Magnesium einen relativ hohen Dampfdruck haben, der das Vakuum beeinträchtigt, während Zinn einen sehr niedrigen Schmelzpunkt hat. Diese Metalle scheiden deshalb für die Vakuumtechnik aus. Das Gleiche gilt für Legierungen dieser Elemente.

Sättigungsdampfdruck von Nichtmetallen

Die Dampfdruckkurven von Nichtmetallen sind in den Abb. 8 sowie 10 bis 13 in ► Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“ wiedergegeben. Da Nichtmetalle wie Gläser, Keramiken, Fette und Öle chemisch kompliziert aufgebaute Substanzen sind, die aus Molekülgruppen unterschiedlicher molarer Masse bestehen, kann man lediglich vom Dampfdruck bestimmter Molekülgruppen sprechen. Sie bestimmen, je nach Temperatur vorherrschend, den Dampfdruck. Man sieht, dass gummielastische Werkstoffe, Fette, Harze und Öle Dampfdrücke haben, die für die Berechnung des Enddrucks einer Vakuumkammer berücksichtigt werden müssen. Technische Gläser, Keramiken und Quarz haben hingegen so kleine Dampfdrücke, dass sie vakuumtechnisch in der Regel ohne Bedeutung sind.

3.3.3 Desorption von der Oberfläche, Gasdiffusion aus dem Materialinnern und Richtwerte für die Gasabgabe [2, 7]

Jede Oberfläche, die der Umgebungsluft ausgesetzt war, ist von einer adsorbierten Schicht überzogen (siehe ► Kap. 11, „Sorption und Diffusion“). Sie besteht vor allem aus Wasser-, Stickstoff- und Sauerstoffmolekülen. Um niedrige Drücke im Vakuum zu erreichen, kommt es darauf an, diese Schicht so weit wie möglich zu entfernen. Eine Monoschicht adsorbiertes Gas entspricht einer Gasmenge von etwa 40 Pa L pro m². Bei einer inneren Oberfläche von 1 m² und 200 L Volumen, würde diese Gasmenge von nur einer Monoschicht, bei Freisetzung von der Oberfläche, einen Druck von 0,2 Pa verursachen. Die Regel ist, dass mehrere Monolagen nach einer Belüftung vorhanden sind.

Eine Festkörperoberfläche ist keineswegs einheitlich. Auch bei bester Politur ist die wirkliche Oberfläche immer größer als die geometrisch ermittelte Oberfläche. Schon kleine Verunreinigungen erhöhen die Gasabgabe an das Vakuum. Oberflächen, die längere Zeit an der feuchten Luft waren, zeigen eine besonders hohe Gasabgabe. Die desorbierte Gasmenge besteht oft bis zu 90 % aus Wasserdampf (siehe ► Abschn. 2.3 in Kap. 11, „Sorption und Diffusion“).

Die Desorption der Teilchen, die an den Oberflächen von Metallen, Gläsern oder Keramiken gebunden sind, kann durch Temperaturerhöhung sehr stark beschleunigt werden. Als Faustregel gilt, dass je 100 Grad Temperaturerhöhung die Gasabgabe nach dem Ausheizen um ca. eine Zehnerpotenz sinkt. Die Gasabgabe von Metall-, Glas-, oder Keramikoberflächen nach Ausheizen bei 450 °C (über mehrere Stunden) kann dann auf ca. 10⁻⁸ bis 10⁻¹⁰ mbar L s⁻¹ m⁻² (10⁻⁶ bis 10⁻⁸ Pa L s⁻¹ m⁻²) abgeschätzt werden.

3.3.4 Diffusion aus dem Inneren

Der Fremdgasgehalt ist technisch schwieriger zu entfernen als Adsorptionsschichten und vollständig nur bei sehr hohen Temperaturen im Vakuum möglich. Dies führt insbesondere bei Elastomeren zu Schwierigkeiten, da diese nicht hohen Temperaturen ausgesetzt werden dürfen. Die Abgabe von Gasen, die aus dem Inneren eines Festkörpers stammen, wird durch den Diffusionskoeffizienten D bestimmt. Die zeitliche Abnahme (vgl. auch die ► Abschn. 2.3, 2.7 in Kap. 11, „Sorption und Diffusion“) des Ausgasungsstroms folgt verschiedenen Gesetzmäßigkeiten, die im Einzelnen wenig erforscht sind. Empirisch gesichert ist, dass bei Metallen die Gasabgabe zeitlich proportional etwa mit t^{-1} abnimmt (Abb. 7).

Bei Kunststoffen erfolgt die Abnahme etwa proportional $t^{-1/2}$, aber auch proportional e^{-t/t_0} , wobei $t_0 \propto d^2 D$, wenn d die Materialdicke in Diffusionsrichtung ist. Abb. 8 zeigt beide Verhaltensweisen. Perbunan und Viton genügen für längere Zeiten dem $t^{-1/2}$ -Gesetz, Silikongummi zeigt das Exponentialverhalten.

In Abb. 7 ist eine größere Anzahl gemessener Ausgasungskurven zusammengestellt. Man erkennt daraus, dass die Ausgasung ein komplexer und von vielen Vorbedingungen und Parametern abhängiger Prozess ist. Man muss sich daher bei quantitativen Abschätzungen von Ausgasungsvorgängen und Ausgasungszeiten der in Abb. 7 zum Ausdruck kommenden Unsicherheiten bewusst sein.

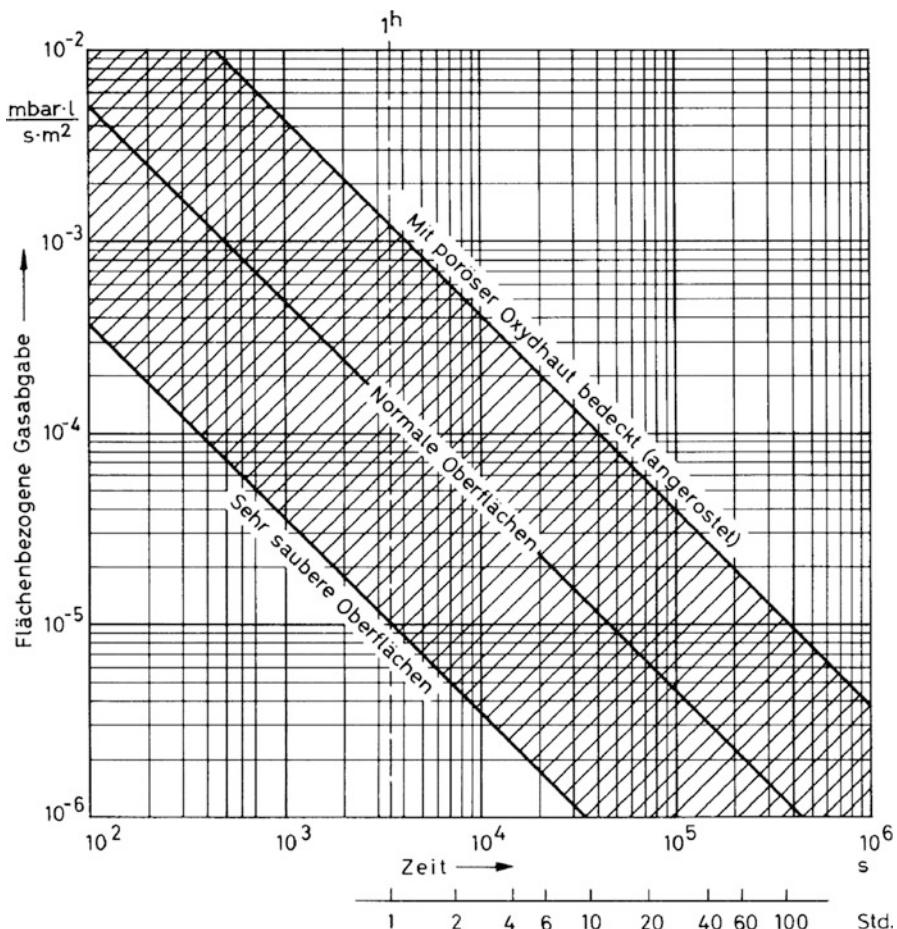


Abb. 7 Ungefähr Richtwerte der flächenbezogenen Gasabgabe von Metalloberflächen in Abhängigkeit von der Zeit bei Raumtemperatur

Am ehesten können die in ► Abschn. 2.7 in Kap. 11, „Sorption und Diffusion“ angegebenen Gesetzmäßigkeiten offenbar das Verhalten der Kunststoffe beschreiben. In Abb. 9 sind eine berechnete Ausgasungskurve I und eine berechnete Permeationskurve II dargestellt.

Der Rechnung I liegt das Modell zugrunde, dass ein mit Luft gesättigter Kunststoff (Daten für Viton) der Dicke d beidseitig an Vakuum grenzt. Dann nimmt der Ausgasungsstrom bis etwa zurzeit

$$t_w \approx 0,05 \frac{d^2}{D} \quad (\text{SI-Einheiten}) \quad (5)$$

ungefähr proportional zur Wurzel aus der Zeit ab; für $t > t_w$ setzt eine schnellere Gasabgabe ein (d. h., jetzt überwiegt das exponentielle Verhalten): Siehe Abb. 9, Kurve 1.

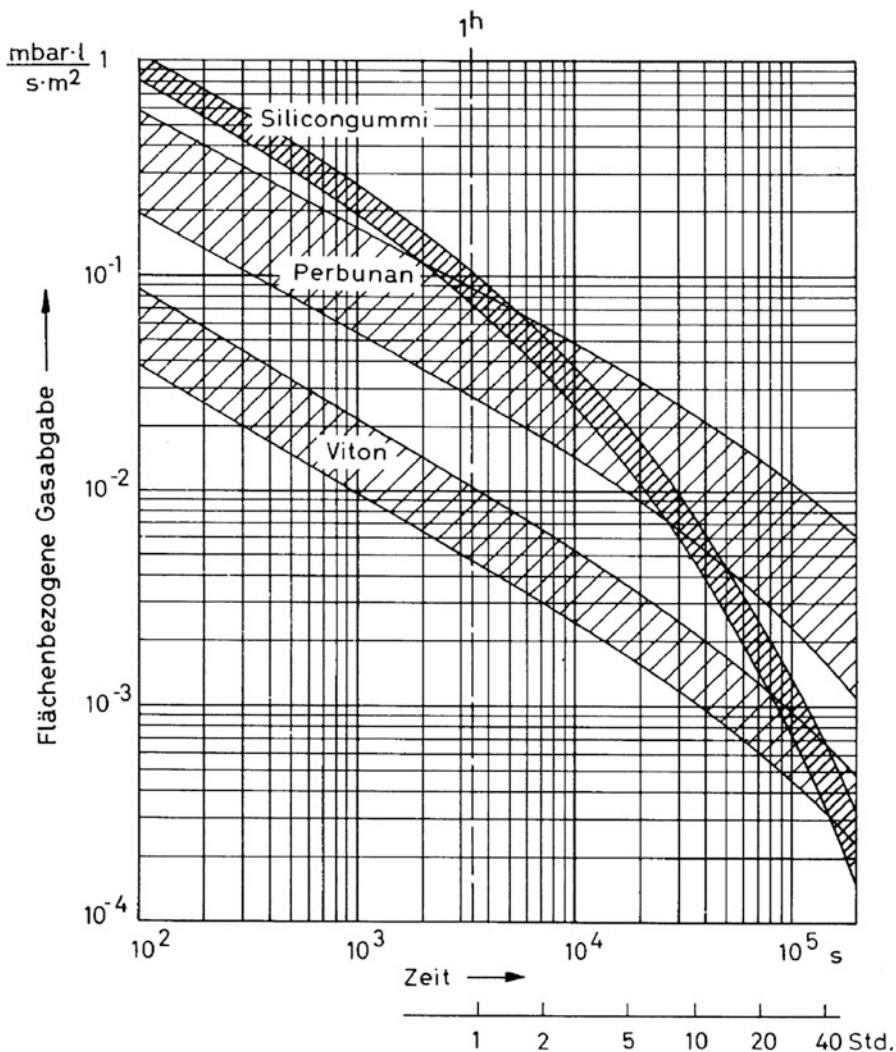


Abb. 8 Zeitlicher Verlauf der flächenbezogenen Gasabgabe gebräuchlicher gummielastischer Werkstoffe [6]

Bei der Rechnung II (Abb. 9) grenzt ein völlig entgaster Kunststoff mit einer Seite an atmosphärische Luft, mit der anderen an Vakuum. Dann stellt sich nach der Zeit

$$t > t_K \approx 0,3 \frac{d^2}{D} \quad (\text{SI-Einheiten}) \quad (6)$$

ein konstanter Permeationsgasstrom nach Gl. 2 durch den Kunststoff ein.

Wird ein Kunststoff, der Gas gelöst bzw. absorbiert hat, auf der einen Seite der Atmosphäre, auf der anderen Seite dem Vakuum ausgesetzt (Dichtungsfall), so

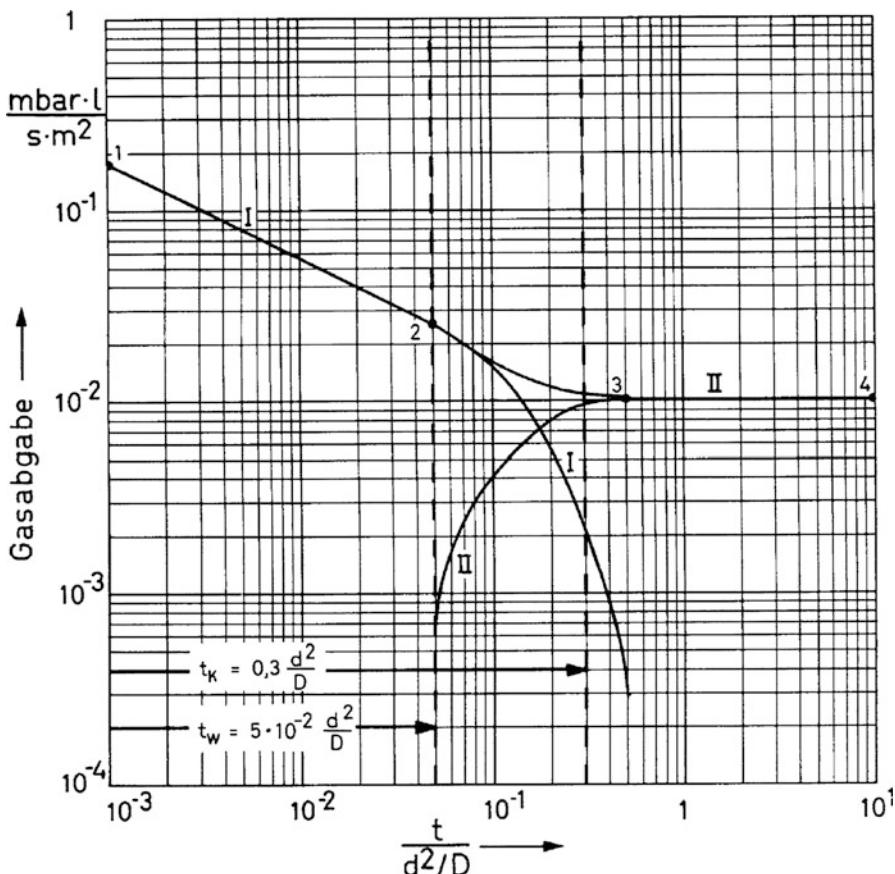


Abb. 9 Berechneter zeitlicher Verlauf der Gasabgabe von Kunststoffen (d in m und D in m^2/s). Kurve I Ausgasung; Kurve II Permeation

nimmt längs der Kurve 1–2 (Abb. 9) die Gasabgabe ab. Längs der Kurve 2–3 macht sich die Permeation schon bemerkbar. Längs der Kurve 3–4 wird der Gasstrom ins Vakuum durch den Permeationsgasstrom bestimmt.

Manche für Vakuumzwecke ungeeignete Kunststoffe enthalten Substanzen (Weichmacher usw.) mit hohem Dampfdruck. Das Ausgasen dauert dann so lange, bis alle Substanz von hohem Dampfdruck ausgedampft ist. Der Kunststoff hat danach – durch den Weichmacherverlust – meist andere Eigenschaften.

Den zeitlichen Verlauf der Ausgasung gebräuchlicher Gummisorten zeigt Abb. 8. Die zur Messung verwendeten Proben waren Stäbe von 13 mm Durchmesser und 6 mm Höhe, die vorher eine Woche bei 20°C und 60 % relativer Luftfeuchte klimatisiert waren.

Die Werte der Diffusionskoeffizienten D von Stickstoff in den wichtigsten Kunststoffen bei 20°C liegen etwa in den Bereichen:

Tab. 9 Flächenbezogene Gasabgabe (Ausgasungsstromdichte) j_1 nach einer Pumpzeit $t = 1$ h, nach [9]

a)	Metalle, j_1 in 10^{-9} mbar L s $^{-1}$ cm $^{-2}$			
	Aluminium ^a	6,3		
	Aluminium, versch. behandelt	4,1–6,6		
	Duraluminium	170		
	Gold, Draht ^a	15,8		
	Kupfer ^a	40		
	Kupfer ^b	3,5		
	Kupfer OFHC–Cu	18,8		
	Kupfer OFHC–Cu ^b	1,9		
	Messing	400		
	Molybdän	5,2		
	Titan	4–11,3		
	Zink	220		
Verschiedene Stähle		j_1 in 10^{-9} mbar L s $^{-1}$ cm $^{-2}$		
	Flußeisen	540		
	Flußeisen, leicht angerostet	600		
	Stahl, entzundert	307		
	Stahl, Chrom plattiert ^a	7,1		
	Stahl, Chrom plattiert ^b	9,1		
	Stahl, Nickel plattiert ^a	4,2		
	Stahl, Nickel plattiert	2,8		
	Stahl, vernickelt	8,3		
	Nichtrostender Stahl ^a	13,5		
	Nichtrostender Stahl, gesandet	8,3		
	Nichtrostender Stahl ^b	1,7		
	Nichtrostender Stahl, elektropoliert	4,3		
b)	Andere Werkstoffe, j_1 in 10^{-9} mbar L s $^{-1}$ cm $^{-2}$			
	Dichtungswerkstoffe	Werte aus Abb. 3		
		Elsey	Kurve	j_1 aus Kurve in
	Kel-F	4	—	—
	Neopren	3000–300	5, 13	480, 210
	Perbunan	350	8, 9, 10	440, 300, 270
	Silikon	1800	20	430
	Silikongummi	—	6,14	650, 330
	Vespel	90	—	—
	Viton ^a	114	23, 27, 28	620, 380, 350
	Viton, entgast	0,4		
	Andere Stoffe			
	Araldit, gegossen	120	—	—
	Araldit, verschiedene	150–800	12, 25, 19	150, 120, 40
	Plexiglas	70–300	15	110
	Polyethylen	23	34	12

(Fortsetzung)

Tab. 9 (Fortsetzung)

b)	Andere Werkstoffe, j_1 in 10^{-9} mbar L s $^{-1}$ cm $^{-2}$			
Polystyrol	56	29, 30, 31	30, 27, 20	
PTFE	30	—	—	
Pyrexglas ^a	0,74	d	0, 62	
Pyrexglas, 1 Monat in Luft	0,12	—	—	
Pyrophyllit	20	a	21	
Steatit	9	b	8, 8	

^aaus der Herstellung^bmechanisch poliert

$$\begin{array}{ll} \text{Perbunan N} & D = (1,7 - 2,5) \cdot 10^{-11} \text{m}^2/\text{s} \\ \text{Viton} & D = (3,8 - 4,2) \cdot 10^{-12} \text{m}^2/\text{s} \\ \text{Silikongummi} & D = (5,9 - 8,1) \cdot 10^{-10} \text{m}^2/\text{s} \end{array}$$

Für Polycarbonat wurde ein $D = (1,7 - 2,4) \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ gemessen [8]. Danach errechnen sich bei der Gummidicke $d = 5 \text{ mm}$ nach Gl. 5 die Zeitwerte t_W , bis zu denen die Ausgasung proportional $t^{-1/2}$ abnimmt, zu:

$$\begin{array}{ll} \text{Perbunan} & t_W = (14 - 20)\text{h} \\ \text{Viton} & t_W = (83 - 91)\text{h} \\ \text{Silikongummi} & t_W = (0,4 - 0,6)\text{h} \end{array}$$

Die Zeit, die vergeht, bis sich unter den gleichen Verhältnissen im Dichtungsfall ein konstanter Permeationsgasstrom einstellt, wird nach Gl. 6:

$$\begin{array}{ll} \text{Perbunan} & t_K = (80 - 120)\text{h} \\ \text{Viton} & t_K = (500 - 550)\text{h} \\ \text{Silikongummi} & t_K = (2,6 - 3,5)\text{h} \end{array}$$

Obwohl die ermittelten Diffusionskoeffizienten (die zudem Mittelwerte aus den Diffusionskoeffizienten verschiedener Proben sind) keinen Anspruch auf hohe Genauigkeit haben, sieht man aber doch, dass z. B. der hohe Diffusionskoeffizient von Stickstoff in Silikongummi relativ kurze Ausgasungszeiten ermöglicht. Aus dem gleichen Grund ist die Gasdurchlässigkeit von Silikongummi hoch. Da der Diffusionskoeffizient mit der Temperatur stark ansteigt, kann das Ausgasen von Kunststoffen durch Ausheizen stark beschleunigt werden. Am besten ist natürlich das Ausheizen im Vakuum, jedoch bringt vielfach schon das Ausheizen im Lufttrockenschrank – wegen der dabei erfolgenden Desorption von Wasserdampf – eine Verringerung der Anfangsausgasraten um eine Zehnerpotenz. Selbstverständlich darf die Ausheiztemperatur die höchstzulässige Betriebstemperatur des Kunststoffs nicht überschreiten.

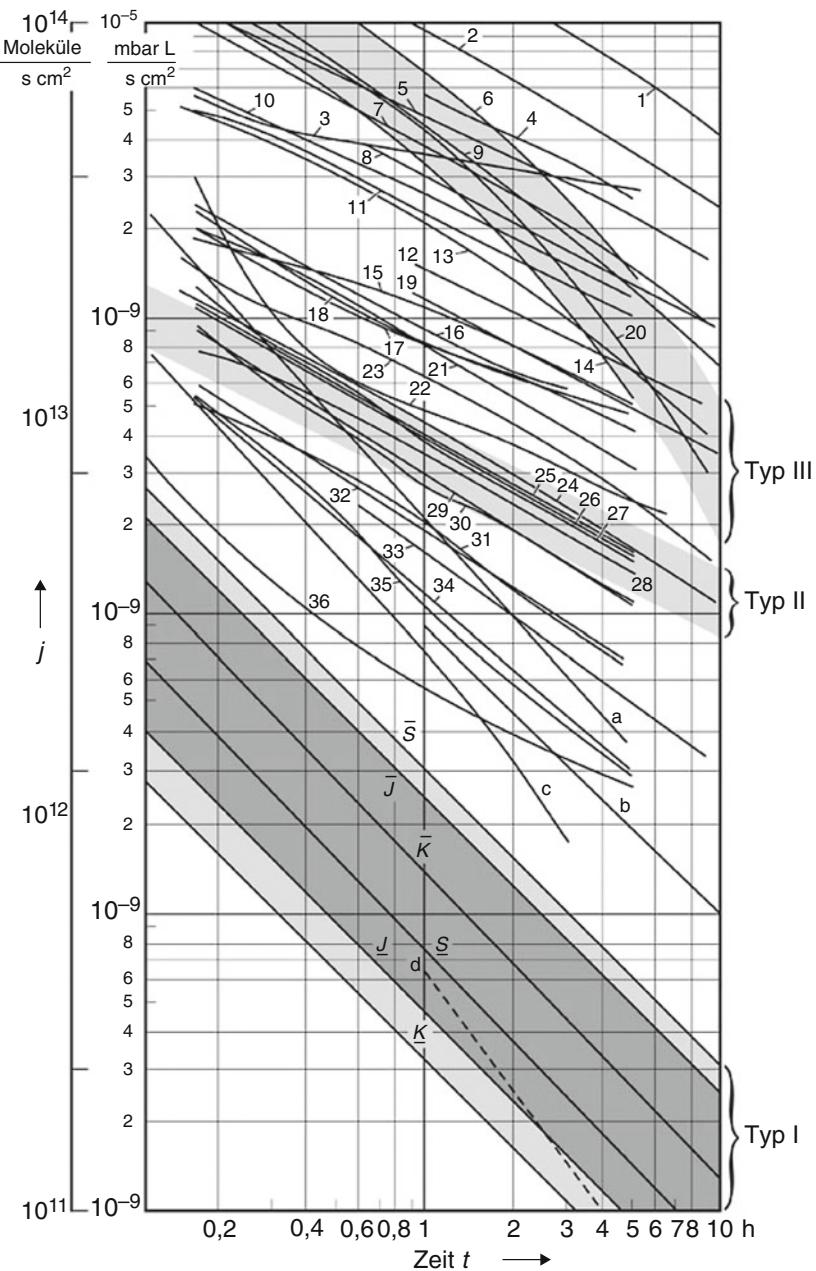


Abb. 10 Flächenbezogene Gasabgabe (Ausgasungsstromdichte) j verschiedener Stoffe bei $\vartheta = 20^\circ\text{C}$ in Abhängigkeit von der Zeit t . Typ I: Metalle $j \propto t_0/t$; Typ II: Kunststoffe $j \propto (t_0/t)^{1/2}$; Typ III: Kunststoffe $j \propto \exp(-t/t_0)$. $\bar{J}, J, \bar{K}, K, \bar{S}, S$: Obere bzw. untere Grenze nach verschiedenen Autoren. Aus [10]

3.3.5 Richtwerte für die Gesamtgasabgaberate [9]

Adsorbierte und okkludierte Gase werden im Vakuum anfangs schnell und dann zeitlich abnehmend abgegeben. Um einen Vergleich zu haben, gibt man die Gesamt ausgasrate nach 10-stündiger Gasabgabe im Vakuum bei Raumtemperatur an. Es gelten etwa folgende Richtwerte (Tab. 9, Abb. 10):

Metalle	$10^{-7} \text{ PaLs}^{-1}\text{cm}^{-2}$ ($10^{-9} \text{ mbar L s}^{-1}\text{cm}^{-2}$)
Elastomere	$10^{-5} \text{ PaLs}^{-1}\text{cm}^{-2}$ ($10^{-7} \text{ mbar L s}^{-1}\text{cm}^{-2}$)

Ausnahmen sind Teflon und Hostafalon, deren Ausgasraten in etwa dazwischen liegen.

Die verhältnismäßig hohe Gasabgabe der Elastomere führt dazu, dass sie in Vakuumanlagen so wenig wie möglich benutzt werden und keinesfalls als Werkstoffe (Isolierstoffe). Wo ihre Anwendung unbedingt erforderlich ist, etwa beim Abdichten von Flanschverbindungen oder als Ventilsitz, werden nur Spezialkunststoffe verwendet, und auch diese nur so, dass eine möglichst geringe Fläche dieser Stoffe dem Vakuum ausgesetzt ist.

Literatur

1. Mog, D.: Machinable glass – ceramic: a new material for vacuum equipment. Vacuum **26**, 25 ff. (1976)
2. Erikson, E.D., et al.: Vacuum outgassing of various materials. J. Vac. Sci. Technol. **A2**, 206–210 (1984)
3. Chernatony, L.: Recent advances in elastomer technology for UHV applications. Vacuum **27**, 605–609 (1977)
4. Peacock, R.M.: Practical selection of elastomer materials. J. Vac. Sci. Technol. **17**, 330–336 (1980)
5. Waldschmidt, E.: Gasabgabe und Gasdurchlässigkeit metallischer Vakuumbaustoffe. Metall **8**, 749–758 (1954)
6. Esser, H.-G.: DEUPERM eine Anlage zur Messung von Festkörper- Diffusion und – Permeation für Wasserstoffisotope. Vak.-Technol. **33**(8), 226–237 (1984) (31 Literatur-Angaben)
7. Beckmann, W.: Gasabgabe von gummielastischen Werkstoffen im Vakuum. Vacuum **13**, 349–357 (1963) (in Deutsch und Englisch)
8. Kwon, J.-S., Jung, H., Yeo, I.S., Song, T.H.: Outgassing characteristics of a polycarbonate core material for vacuum insulation panel. Vacuum **85**, 839–846 (2011)
9. Elsey, R.J.: Outgassing of vacuum materials. Vacuum **25**, 299 ff. und 347 ff. (1975) (Ausführliche Tabellen)
10. Diels, K., Jaeckel, R.: Leybold Vakuum Taschenbuch. 2. Aufl. Springer, Berlin (1962)

Weiterführende Literatur

Espe, W.: Werkstoffkunde der Hochvakuumtechnik, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Bd. 1 (Metalle und metallisch leitende Werkstoffe) 1959; Bd. 2 (Silikatwerkstoffe) 1960; Bd. 3 (Hilfswerkstoffe) (1961)

- Beckmann, W., Seider, J.H.: Gasdurchlässigkeit von gummielastischen Werkstoffen für Stickstoff. Koll. Zsch. Zsch. Polym. **220**, 97–107 (1967)
- Caporicio, A., Steenrod Jr., R.A.: Properties and use of perfluorethers for vacuum applications. J. Vac. Sci. Technol. **15**(2), 775 ff. (1978)
- Cherepnin, N.V.: Treatment of Materials for Use in High Vacuum. 3. Aufl., S. 192 S. Verlag Ordentlich, Holon/Israel (1978)
- Dauphin, J.: Materials in space: Working in vacuum. Vacuum **32**, 669–673 (1982)
- Hayward, D.O., Trapnell, B.M.W.: Chemisorption. Butterworths, London (1964)
- Scholten, J.J.F., Zwietering, P., Konvalinka, J.A., de Boers, J.H.: Trans. Faraday Soc. **55**, 2166 (1959)
- Ishimaru, H.: Developments and applications for all-aluminum ally vacuum systems. MRS Bull. **XV**(7), 23–31 (1990)
- Edelmann, Ch.: Gasabgabe von Festkörpern im Vakuum. Vak.-Technol. **38**, 223–243 (103 Literaturangaben) (1989)
- Perkins, W.A.: Permeation and outgassing of vacuum materials. J. Vac. Sci. Technol. **10**, 543–556 (1973)
- Halliday, B.S.: An introduction to materials for use in vacuum. Vacuum **37**, 583–585 (1987)



Verbindungen der Vakuumtechnik

32

Ute Bergner

Zusammenfassung

Die Ansprüche an Vakuumverbindungen sind besonders hoch, müssen sie doch sicherstellen, dass Vakuumkomponenten leckdicht miteinander verbunden werden. Sowohl die zerstörungsfrei unlösbareren Verbindungstechniken, wie Löten, Schweißen und Kleben, als auch die lösbareren Verbindungen, insbesondere die genormten Flanschsysteme, werden im Detail erläutert. Zugleich wird auf die Bedeutung der Werkstoffauswahl eingegangen, die verschiedensten Anforderungen wie dem Druckbereich, dem Ausgasverhalten oder der Temperaturbeständigkeit entsprechen muss.

1 Einleitung

Das folgende Kapitel gibt eine Übersicht über Verbindungen in der Vakuumtechnik. Da der genutzte Druckbereich unter dem Atmosphärendruck mehr als 15 Dekaden umfasst, ergeben sich vielfältige Anforderungen an die Verbindungstechnologien. Anwender der Vakuumtechnik, die beispielsweise eine Beschichtungsanlage, eine Apparatur für die Oberflächenanalytik oder eine Beschleunigerstrecke aufbauen und betreiben möchten, müssen bereits in der Planungsphase eine Vielzahl von Aspekten berücksichtigen. Neben dem gewünschten Druck- und Temperaturbereich der Anlage müssen die im Vakuum eingesetzten Werkstoffe und Medien (Feststoffe, Flüssigkeiten, Gase) den Reinheitsanforderungen des Prozesses genügen und dürfen keine störenden Elemente freisetzen.

In der Vakuumtechnik werden besondere Anforderungen an Füge- und Verbindungstechnologien gestellt, die neben der mechanischen Stabilität der Verbindung

U. Bergner (✉)

VACOM Vakuum Komponenten & Messtechnik GmbH, Jena, Deutschland

E-Mail: Ute.Bergner@vacom.de

auch eine Leckdichtheit entsprechend den Anforderungen der Endanwendung aufweisen müssen. Im Abschn. 2 werden die etablierten Fügetechnologien (Schweißen, Löten und Kleben) und lösbarer Verbindungsarten (KF, ISO, CF, QCF und andere) diskutiert und deren Vorteile, Grenzen und Anwendbarkeit beleuchtet.

2 Verbindungstechnologien in der Vakuumtechnik

Vakuumtechnische Applikationen benötigen ein evakuierbares und hermetisch dichtes System, das aus Behältern, Rohrleitungen und anderen Bauteilen besteht. Neben der Auswahl geeigneter Werkstoffe (siehe ► Kap. 31, „Werkstoffe in der Vakuumtechnik“) und der richtigen Werkstoff- und Oberflächenbehandlung sind die verwendeten Verbindungstechnologien entscheidend für die Qualität des erzeugten Vakuums.

Im allgemeinen Maschinen- und Anlagenbau werden Verbindungen nach unterschiedlichen Kriterien klassifiziert. Bei der Klassifizierung nach ihrer Funktion, d. h. fest oder beweglich in verschiedenen Freiheitsgraden, werden statische und dynamische Verbindungen unterschieden. Werden die Verbindungen nach fertigungstechnischen Aspekten klassifiziert, erfolgt die Einteilung in lösbar und unlösbar Verbindungen (Abb. 1).

Eine Vakuumanlage erfordert an sämtlichen Verbindungsstellen neben der mechanischen Stabilität eine dem angestrebten Enddruck entsprechende Leckdichtheit und Ausgasarmut. Daraus ergeben sich Einschränkungen für die in Frage kommenden Fügeverfahren und Materialien.

2.1 Unlösbar Verbindungen

Die Norm DIN 8593-0 definiert unlösbare Verbindungen als „eine durch Fügen hergestellte Verbindung, die nur unter Inkaufnahme einer Beschädigung oder Zerstörung der gefügten Teile wieder gelöst werden kann.“ [1]

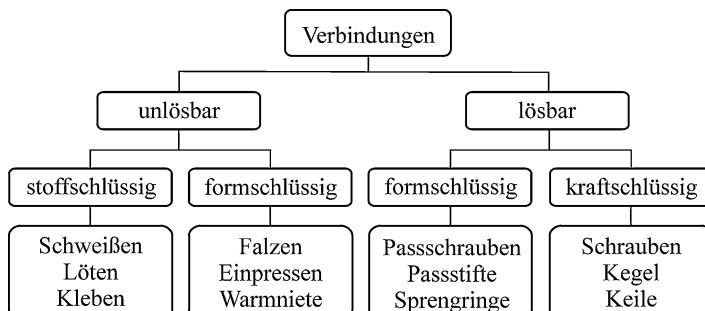


Abb. 1 Systematik der gebräuchlichsten Verbindungen im allgemeinen Maschinen- und Anlagenbau

Tab. 1 Anwendbare Fügetechnologien für verschiedene Werkstoffpaarungen

Werkstoffpaarung	Löten	Schweißen	Kleben	Anwendungsbeispiele
Fe-Metalle/Fe-Metalle	o	+	o	Komponenten aus korrosionsbeständigem Edelstahl
NE-Metalle/NE-Metalle	+	o	o	Aluminiumkomponenten, Kupferrohre in Edelstahlflanschen
NE-Metalle/Fe-Metalle	+	o	+	Aluminiumkomponenten mit Flanschen aus korrosionsbeständigem Edelstahl
Metall/Glas	+	-	+	Schaugläser
Metall/Keramik	+	-	+	Isolatoren, elektrische Durchführungen
Glas/Keramik	-	-	+	optische Faserdurchführungen
Metall/Kunststoff	-	-	+	isolierende Aufbauten, fixierte elastomere Dichtungen

(+) häufig angewendetes Fügeverfahren, (o) mögliches/unübliches Fügeverfahren, (-) ungeeignetes/unmögliches/mit hohem technologischen Einsatz mögliches Fügeverfahren

In der Vakuumtechnik zählen zu den relevanten unlösbar Verbindungen vorrangig die stoffschlüssigen Verbindungen, die durch Schweißen, Löten oder Kleben realisiert werden.

Anwendung und Enddruck bestimmen, welches Fügeverfahren für Bauelemente in der Vakuumtechnik eingesetzt wird. Entscheidende Kriterien für die Auswahl sind:

- Zu fügende Werkstoffe (Tab. 1)
- Ausgasverhalten des Fügemediums (z. B. Klebstoff/Schweißzusatz/Lot)
- Gasundurchlässigkeit des Fügemediums (Permeation, Porenbildung, Packungsdichte)
- Temperaturbeständigkeit des Fügemediums (Schmelzbereiche, Alterung)
- Mechanische Stabilität des Bauteils (mechanische Spannungen durch das Fügen, mechanische Belastung in der Anwendung)
- Zugänglichkeit der Fügestelle im Fügeprozess
- Potenzial der Partikelbildung des Fügewerkstoffes

Die Verbindungstechnologien Löten, Schweißen und Kleben haben in Abhängigkeit von den Werkstoffen der Fügepartner Einsatzpräferenzen, die bei der Auswahl berücksichtigt werden sollten (Tab. 1).

2.1.1 Schweißen

Das Schweißen ist ein „Fügeprozess, bei dem zwei oder mehr Teile verbunden werden, wobei eine Kontinuität der Werkstoffe der zu verbindenden Teile hergestellt wird, unter Anwendung von Wärme oder Kraft oder beiden und mit oder ohne Schweißzusatzwerkstoff.“ [2] Beim Schweißen verschmelzen zwei oder mehr Substanzen miteinander.

In der Vakuumtechnik gängige Schweißverfahren sind Wolfram-Inertgasschweißen, Mikroplasmaschweißen, Elektronenstrahlschweißen, Laserstrahlschweißen, Reibschiessen, Sprengschweißen und Diffusionsbonden, deren Funktionsweise und vakuumtechnische Einsatzgebiete im Folgenden kurz erläutert werden [3, 4].

Wolfram-Inertgasschweißen (kurz: WIG-Schweißen | engl.: TIG welding, argon-arcwelding)

Bei diesem Schmelzschiessen wird ein Lichtbogen zwischen dem Werkstoff und der nichtabschmelzenden Wolframelektrode als Wärmequelle genutzt. Bei manueller Brennerführung kann das WIG-Schweißen sehr flexibel und mit geringem technischem Aufwand eingesetzt werden.

Mikroplasmaschweißen

Das Mikroplasmaschweißen ist nah verwandt mit dem WIG-Schweißen, nutzt jedoch einen durch eine Plasmagasdüse eingeschnürten Lichtbogen höherer Energiedichte. Dieser brennt auch bei geringen Stromstärken stabil und ermöglicht das Schweißen geringer Wandstärken bis in den Folienbereich (0,01 mm bis 1 mm).

Elektronenstrahlschweißen

Bei diesem Verfahren werden Elektronen innerhalb einer evakuierten Kammer durch Hochspannung auf die Werkstoffoberfläche beschleunigt, wo sie beim Aufschlag ihre kinetische Energie in Wärme umwandeln. Wird der Elektronenstrahl über Druckstufen aus der Vakuumkammer herausgeführt und unter freier Atmosphäre auf das Werkstück gerichtet, spricht man vom Nonvacuum-Elektronenstrahlschweißen. Durch Ablenkspulen können schnelle, komplexe Pendelbewegungen generiert werden, die das parallele Schweißen mehrerer Verbindungen ermöglichen.

Laserstrahlschweißen

Das Laserstrahlschweißen nutzt monochromatisches, kohärentes und stark gebündeltes Licht hoher Energiedichte als Wärmequelle, wodurch das Schweißen von elektrisch leitenden und nichtleitenden Werkstoffen möglich ist. Es können berührungslos sehr schmale und tiefe Schweißverbindungen (Tiefschweißeffekt) erzeugt werden. Aufgrund des sehr lokalen, punktuellen Energieeintrages ist das Laserstrahlschweißen insbesondere für Bauteile geeignet, die nur einen geringen Wärmeeintrag zulassen, sowie für Verbindungen mit sehr geringem Verzug der Bauteilgeometrie.

Reibschiessen

Beim Reibschiessen werden die zu fügenden Werkstückoberflächen unter Anwendung von Kraft relativ zueinander bewegt und ohne Zusatz durch die entstehende Reibungs- und Verformungswärme verbunden. Bei voll automatisiertem Verfahrensablauf sind kurze Schweißzeiten und hohe Lagegenauigkeiten der Fügepartner möglich. Eine Sonderform bildet das Rührreibschiessen, bei dem ein rotierendes Werkzeug die Fügepartner plastifiziert.

Sprengschweißen

Bei diesem Verfahren werden die Werkstücke unter Nutzung einer sprengstoffinduzierten Schockwelle aufeinandergeschlagen und gefügt. Durch das Sprengschweißen treten außerhalb der direkten Fügezone keine Gefügeänderungen auf.

Diffusionsboden

Das Diffusionsboden ist eine spezielle Verbindungstechnik, der das Prinzip von Feststoffdiffusion und Korngrenzenwanderung zugrunde liegt. Die Werkstoffe werden unter Erhitzung und Anwendung von Druck ohne Schmelzprozess körperlich miteinander verbunden. Diffusionsboden kann bei neuartigen Konstruktionswerkstoffen, intermetallischen Verbindungen, komplexen Werkstoffen auf Keramikbasis und hochschmelzenden Superlegierungen ein empfehlenswertes Verbindungsverfahren sein.

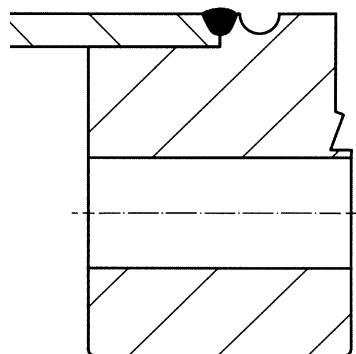
Um Bauteile vakuumgerecht zu schweißen, sind bestimmte Konstruktionsregeln zu beachten (Abb. 2) [4]. Wenn es die Bauteilgeometrie erlaubt, sind Nähte stets vakuumseitig zu schweißen, um Ausgasquellen (virtuelle Lecks) und Sammelstellen für Verunreinigung zu vermeiden. Einlagig geschweißte Nähte sind mehrlagigen Nähten vorzuziehen, da so Lagebindefehler vermieden werden und das Risiko von Einschlüssen sinkt. Unterschiedliche Wandstärken und Bauteilgeometrien der Fügepartner können aufgrund des abweichenden Aufschmelzverhaltens das Verschweißen erschweren.

Durch das Einbringen einer Nut kann die Wärme an der Fügezone gestaut und somit der Wärmefluss gelenkt werden (Abb. 3).

Bauteil-lage				
nicht vakuum- gerecht	Vakuumseite		Vakuum- seite	Vakuum- seite
vakuum- gerecht	Vakuumseite	Vakuumseite	Vakuum- seite	Vakuum- seite
	 durchgehende Schweißnaht	 unterbrochene Schweißnaht		

Abb. 2 Beispiele vakuumgerechter Schweißverbindungen (nach A. Roth) [4]

Abb. 3 Skizze einer Flansch-Rohr-Schweißung mit Wärmedämmnut



Der erzeugte Steg kann zusätzlich dem Verzug nachgeben und so die Spannungen der Fügestelle mindern. Um die mechanische Belastbarkeit der Verbindung zu erhöhen, werden neben den vakuumseitigen Dichtnähten zusätzlich Stütznähte auf der Atmosphärenseite genutzt. Diese müssen mit Unterbrechungen geschweißt werden, um die Zugänglichkeit der Dichtnaht für das Prüfgas zu gewährleisten (► Kap. 38, „Lecksuchtechniken“).

Auch in der Vakuumtechnik stellt sich nach dem Schweißen die Frage der Qualitätsbewertung von Schweißverbindungen. Dabei wird besonderes Augenmerk auf die folgenden Kriterien gelegt:

Die *Dichtheit* der Verbindung wird durch die Freiheit von Rissen, Poren, Bindefehlern und ähnlichen Unregelmäßigkeiten erreicht. Oxidationen wie Verzunderungen und Anlauffarben können direkt oder indirekt über ihre korrosive Wirkung das *Ausgasverhalten* der Verbindung negativ beeinflussen. Die Verwendung von Schweißzusätzen in der Vakuumtechnik ist kritisch zu prüfen, da extrem hohe *Reinheitsanforderungen* an die Schweißnähte gestellt werden. Der Einsatz von Schweißzusatz mit hoher Reinheit und ohne Flussmittel kann dem Abbrand von Legierungselementen entgegenwirken und somit negative Einflüsse auf die mechanische Stabilität der Verbindung mindern. Die *mechanische Stabilität* einer Verbindung ist Grundlage ihres Zusammenhaltes und hängt – neben den verwendeten Werkstoffen und der Nahtgeometrie – eng mit den Abmaßen der Verbindung zusammen.

Bei größeren Querschnitten müssen dabei die entstehenden Verzüge und Spannungen berücksichtigt werden. *Form- und Lagetoleranzen* haben in vielen Vakuumanwendungen erhöhte Bedeutung. Beispiele hierfür sind Anforderungen in der Beschleunigertechnik, die eng tolerierte Positionierung von Fokuspunkten in der Analysemesstechnik oder die Notwendigkeit von ebenen Dichtflächen. Enge Form- und Lagetoleranzen können kostenintensive Justiereinheiten, zusätzlichen Konstruktionsaufwand (z. B. größere Wandstärken, Wärmedämmnuten) oder spanende Zwischenarbeitsschritte (z. B. Überdrehen von Flanschen und Rohrstutzen) notwendig machen.

In einigen Anwendungen der Vakuumtechnik, insbesondere in der Beschleunigertechnik, kann zudem die Änderung der magnetischen *Permeabilität* beim Schweißprozess negativen Einfluss auf die Anwendung haben. In solchen Fällen

müssen der Gefügezustand des Werkstoffes sowie der Wärmeeinfluss durch den Schweißprozess beachtet werden.

Zur konventionellen Qualitätsbewertung von Schweißverbindungen werden je nach Werkstoff, Schweißverfahren und Anwendungsgebiet verschiedene Normen herangezogen. Für Schmelzschweißverbindungen (ausgenommen Strahlschweißen an Stahl) kommt häufig die DIN EN ISO 5817:2014-06 zum Einsatz [5]. Da diese Norm die mechanische Stabilität der Verbindung in den Mittelpunkt stellt, müssen Anpassungen und Erweiterungen erfolgen, die die zuvor genannten spezifischen Anforderungen der jeweiligen Vakumanwendung erfassen.

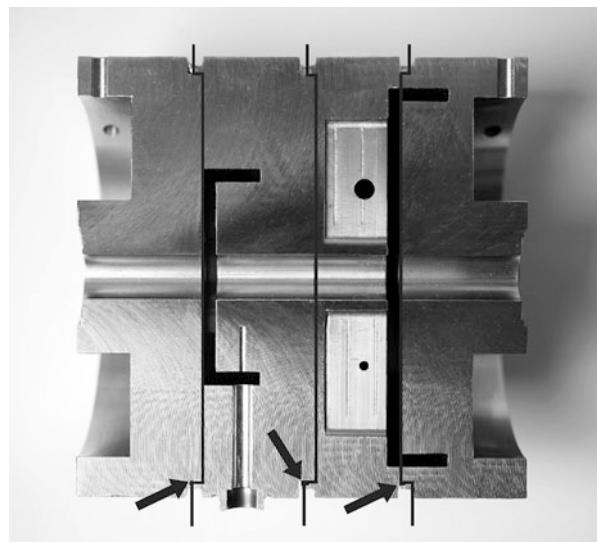
Um Verbindungen hoher Güte und Reproduzierbarkeit zu erhalten, werden Schweißverfahren qualifiziert und standardisiert. In der DIN EN ISO 15607:2004-03 finden sich Hinweise zur Entwicklung einer vorläufigen Schweißanweisung (qWPS) bis hin zur Qualifikation zur fertigen Schweißanweisung (WPS) [6].

Löten

Als Löten wird das thermische Verfahren zum stoffschlüssigen Fügen bezeichnet, bei dem Werkstoffe mit Hilfe der Verflüssigung einer zusätzlichen Komponente, welche als Lot bezeichnet wird, verbunden werden. Die Schmelztemperatur des Grundwerkstoffes, die sogenannte Solidustemperatur T_S , wird beim Löten nicht erreicht. Die unlösbare Verbindung entsteht durch Benetzung des festen Grundwerkstoffes mit dem flüssigen Lot und durch Diffusion der Lotschmelze in den Grundwerkstoff. Lotbestandteile bilden keine intermetallischen Phasen mit Grundwerkstoffen.

Da ein Aufschmelzen der Grundwerkstoffe beim Löten nicht nötig ist, können Werkstoffe mit unterschiedlichen Schmelzbereichen miteinander verbunden werden (z. B. Stahl mit Kupfer, Keramik/Glas mit nichtrostendem Edelstahl). Löten wird bevorzugt eingesetzt, wenn Formbauteile mit geringen Wandstärken oder engen Toleranzen oder schwer erreichbare Fügestellen (Abb. 4) vorliegen. In der Vakuum-

Abb. 4 Cavity Strahllage Monitor (E-XFEL Prototyp) im Schnitt, gelötet mit Kupferfolie 2.0091 DIN EN 1044 CU 104 als Beispiel für ein Vakumbauteil mit schwer zugängliche Fügestellen (mit freundlicher Genehmigung des Deutschen Elektronen Synchrotron Hamburg)



technik werden Lötungen häufig zur Realisierung von Metall-Keramik-Verbindungen (z. B. in elektrischen Durchführungen), Stahl-Kupfer-Verbindungen (z. B. bei Kühlmitteldurchführungen) oder für Bauteile aus Nichteisenmetallen (z. B. Titan, Aluminium) verwendet.

Voraussetzung für eine erfolgreiche Löting ist eine an Grundwerkstoffe und Einsatzbedingungen angepasste Wahl des Lotmaterials. Hierbei gilt es, folgende Kriterien zu berücksichtigen:

- Schmelzbereich des Lotmaterials
- Benetzungbarkeit der Grundwerkstoffe durch das flüssige Lot
- Löslichkeit der Lotbestandteile im Grundwerkstoff
- Korrosionsbeständigkeit der Löting
- Herstellbarkeit als Lotstab, -band, -draht, -folie, -paste oder -pulver

Für ein erfolgreiches Fügen sind auch bei Vakuumanwendungen lötgerechte Konstruktionen (geringe Spaltbreiten, Kraftübertragung) und exakt definierte Lötprozesse (definierte Oberflächen, Lötatmosphäre, Temperaturen, Haltezeiten) erforderlich. Abb. 5 zeigt eine Übersicht vakuumgerechter Lötkonstruktionen.

Metallische Lote werden nach der Temperatur ihrer vollständigen Verflüssigung, der sogenannten Liquidustemperatur T_L , in Weichlote ($T_L < 450^\circ\text{C}$), Hartlote ($450^\circ\text{C} < T_L < 900^\circ\text{C}$) und Hochtemperaturlote ($T_L > 900^\circ\text{C}$) eingeteilt. Hochtemperaturlote sind frei von Flussmitteln. Der Lötprozess findet unter Schutzgas- oder Vakuumatmosphäre statt. Eine Sondergruppe metallischer Lote bilden sogenannte *Aktivlote*, die zum Löten keramischer Werkstoffe eingesetzt werden. Keramiken werden von metallischen Schmelzen im Allgemeinen nicht ausreichend gut benetzt. Durch die Zugabe aktiver, reaktionsfreudiger (sauerstoffaffiner) Elemente wie Titan oder Zirkon werden die Benetzung und damit die Lötfähigkeit von Keramiken durch Veränderung der Grenzflächenchemie verbessert.

Für den Einsatz in der Vakuumtechnik müssen Lotmaterialien neben den bereits aufgeführten Anforderungen zusätzliche Voraussetzungen erfüllen:

- Ausbildung einer gasdichten Verbindung
- geringe Ausgasung der Lotbestandteile
- geringe Verunreinigung mit vakuumsschädigenden Elementen
- mechanische Festigkeit der Verbindung (Stabilität bei Druckdifferenzen $\geq 1 \text{ bar}$)
- Warmfestigkeit (Stabilität bei Ausheizvorgängen)

In der Vakuumtechnik kommen Weichlote (meist auf Basis von Zink, Blei oder Cadmium) wegen der hohen Dampfdrücke einzelner Lotbestandteile und den daraus resultierenden hohen Ausgasraten und der geringen Warmfestigkeit nicht zum Einsatz.

Für Vakuumanwendungen geeignete Hartlote sind Legierungen auf Basis von *Kupfer*, *Silber*, *Gold* oder *Nickel*. Für spezielle Vakuumanforderungen werden vorzugsweise Lotmaterialien mit sehr geringen Verunreinigungen von Kohlenstoff,

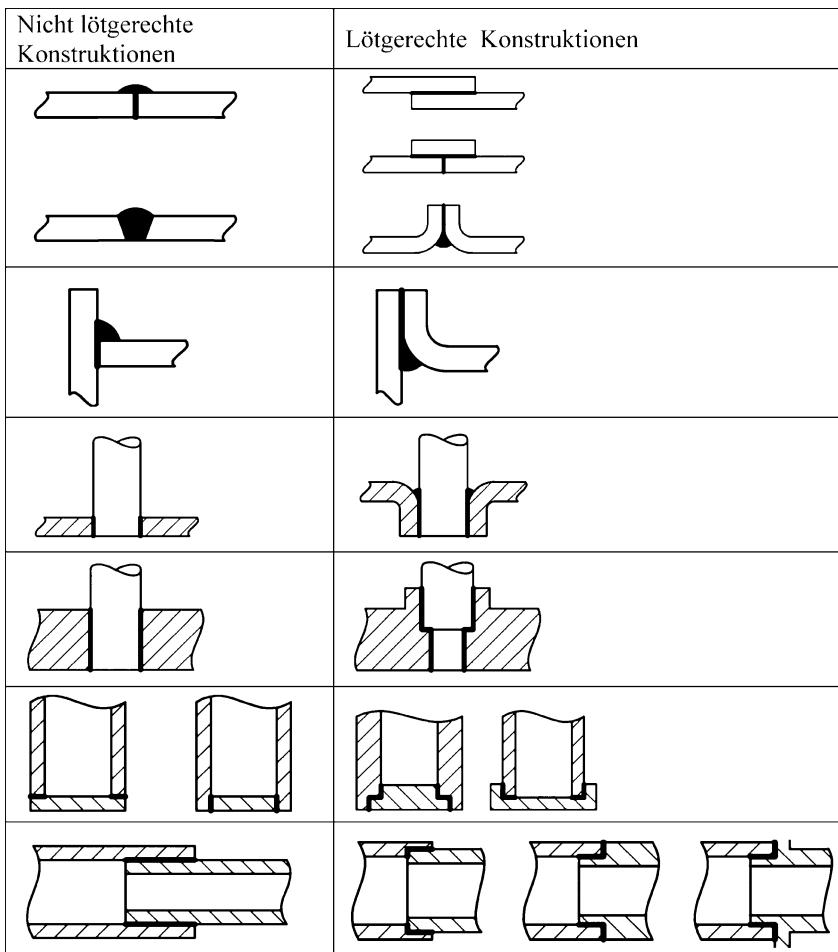


Abb. 5 Beispiele für lötgerechte Konstruktionen (nach A. Roth) [4]

Cadmium, Phosphor, Blei, Zink, Mangan und Indium eingesetzt. Die Verunreinigungsgrenzwerte sind in der DIN EN ISO 17672:2010-11 Hartlöten – Lote festgelegt [7]. In dieser Norm sind auch die genauen Zusammensetzungen und Bezeichnungen von Hartloten aufgeführt. Tab. 2 zeigt eine Übersicht ausgewählter Hartlote, die in der Vakuumtechnik Verwendung finden.

Je nach Löttemperatur, Form und Werkstoff der zu fügenden Bauteile werden verschiedene Lötverfahren angewendet. Neben dem Ofenlöten sind das Flammlöten, Widerstandslöten, Induktionslöten und Tauchlöten zu nennen. Diese finden meist unter Zuhilfenahme von Flussmitteln zur Beseitigung von Metalloxiden an der Oberfläche statt. Flussmittelreste können jedoch in der Oberfläche eingebaut werden und damit eine vakuumsschädliche oder korrosive Wirkung zeigen.

Tab. 2 Ausgewählte Hartlote für den Einsatz in der Vakuumtechnik

Lötgruppe	Kurzbezeichnung nach DIN EN ISO 17672:2010-11	Zusammensetzung	Arbeitstemperatur (ca.) [°C]	Bemerkungen	Anwendungsbereiche
Aluminium-hartlote	Al 110 Al 110 Al 112 CuP 279 CuP 284 Silberhartlot	Al 90 Si 10 Al 88 Si 12 P 6,3 Ag 2 Rest Cu P 7,05 Ag 18 Rest Cu Ag 72 Cu 28	600 590 740 650 780	nicht geeignet für Eloxalbauteile die Solidustemperatur der Grundwerkstoffe muss >630 °C sein, nicht geeignet für Eloxalbauteile Verunreinigung max. 25 % möglich, für Stahl- u. NiFe-Legierungen nicht geeignet, für Vakuum ungeeignet vielseitig einsetzbar, auch für legierte und unlegierte Stähle, Nickel	gewalzt/gegossene Aluminiumlegierungen, Verbindung Aluminium mit Cr-Ni-Stählen gewalzt/gegossene Aluminiumlegierungen mit Mg-Gehalt ≤3 %, Verbindung Aluminium mit Cr-Ni-Stählen für Induktionsöfen oder Schutz-gasöfen Elektroindustrie/ Kälte-Klima (-50 bis + 50 °C) Vakuumtechnik-Verbindungen, Kupfer/Kupfer, Kupfer/Edelstahl (vernickelt), Edelstahl/Edelstahl (vernickelt), Kupfer/Keramik-Verbindungen

Kupferhartlote	Cu 104	Cu 99,9 P < 0,025	1100	auch für Spaltlötzungen geeignet	legierte und unlegierte Stähle u. für Vakuumanwendung, Löten von Edelstählen ohne Vernickelung
Cu 105	Cu 98 Ni 2	1110	hohe Zugfestigkeit der Verbundung	legierte u. unlegierte Stähle, Hartmetalle, W, Mo, Ta	
Cu 922	Cu 94 Sn 6 P 0,2	950–1000		für Kupfer, Eisen- und Nickelwerkstoffe	
Cu 925	Cu 88 Sn 12 P 0,2	950–1030			
Goldhartlote	Au 295	Au 30 Cu 70	1000–1020	gute Hochtemperaturoxidfestigkeit	Vakuumröhren, Elektrodröhren, Vakuumanwendungen
	Au 37,5 Rest Kupfer	990	gute Hochtemperaturoxidfestigkeit	Vakuumröhren, Elektrodröhren, Vakuumanwendungen	
Au 752	Au 75 Rest Ni	960–985	Verbindung hoher Festigkeit und guter Hochtemperaturkorrosionsfestigkeit	Triebwerksbau, Vakuumanwendungen ähnlich Au 827	
Au 827	Au 82 Rest Ni	950	Verbindung hoher Festigkeit, gute Hochtemperaturkorrosionsfestigkeit, legierte Stähle, Ni-Legierungen, Edelstähle	Triebwerksbau, Vakuumanwendungen Werkstoffpaarung: Fe/Cr, Mo/W, Ni/Ni, Ni/Cu, Ni/Fe, Fe/Co, Kovar und Vacon®	

(Fortsetzung)

Tab. 2 (Fortsetzung)

Lötgruppe	Kurzbezeichnung nach DIN EN ISO 17672:2010-11	Zusammensetzung	Arbeitstemperatur (ca.) [°C]	Bemerkungen	Anwendungsbereiche
Palladium-haltige Lote	Pd 288 Pd 47	Ag 95 Pd 5 Pd 60 Ni 40	1015 1237	Vakuumerschmolzenes Lot, oxifrei schlechte HF-Eigenschaften, sehr gute Fließeigenschaften	metallisierte Keramiken, Zirkon, Edelstähle, Kupfer- u. Nickellegerungen metallisierte Keramiken, Edelstähle, Kupfer- und Nickel-legierungen
Aktivlote		Ag 70,5 Cu 26,5 Ti 3	803–1477	Lötungen unter Vakuum oder Argon, Silber kann unter Vakuum leicht ausdiffundieren (Löttemperatur max. 900 °C in Abhängigkeit vom Druck)	Keramik-Metall-Verbindung ohne Aktivierungsschichten wie Nickel, Grafit, Glas, Diamanten

Mit freundlicher Genehmigung des Deutschen Elektronen Synchrotron Hamburg

Vakuumbauteile werden vorrangig durch Hochtemperaturlöten, d. h. im Ofen unter Vakuum oder Schutzgasatmosphäre und ohne Flussmittel gelötet. Dabei wird das gesamte Bauteil mit aufgesetztem, an- oder eingelegtem Lot fixiert und auf Löttemperatur erhitzt. Es können mehrere Fügestellen komplexer, großer Bauteile gleichzeitig und dadurch verzugsarm gelötet werden. Kleine Lötabteile können in großen Stückzahlen in einer Charge erzeugt werden. Der Ofen ermöglicht zudem ein gleichmäßiges und definiertes Aufheizen und Abkühlen, welches für die Schmelz- und Erstarrungsvorgänge der Lotlegierungen von Vorteil ist. Durch regelbare Schutzgasatmosphäre (CAB – Controlled Atmosphere Brazeing) bzw. unter Vakuum können Reaktionen von Grundwerkstoff und Lot mit der Umgebung unterbunden oder gezielt gefördert werden. Infolge der hohen Prozesstemperaturen werden die Desorptionsraten der Werkstückoberflächen bereits beim Löten herabgesetzt. Falls erforderlich kann im Ofen direkt an den Lötprozess eine Wärmebehandlung angegeschlossen werden.

Unabhängig vom Lötverfahren ist beim Erhitzen der Bauteile unbedingt darauf zu achten, dass die Löttemperatur nicht nur an der Wärmequelle bzw. am Thermoelement, sondern tatsächlich an den zu lögenden Oberflächen erreicht wird. Bei zu geringen Temperaturen kommt es durch mangelnde Benetzung oder zu geringem Fließen des Lotes zu unvollständiger Spaltfüllung. Die Folgen sind undichte Lötstellen oder erhebliche Festigkeitsverluste. Zu schnelles Abkühlen führt zu Seigerungen (lokalen Entmischungen) der Lotschmelze, welche die Bildung unerwünschter Gefügestrukturen mit Sprödphasen, Mikrorissen und starken Konzentrationsschwankungen begünstigt. Schlechte oder unvorhersehbare mechanische Eigenschaften der Lötverbindung sind die Folge.

2.1.2 Kleben

Kleben ist ein nichtthermisches stoffschlüssiges Fügeverfahren, bei dem eine zusätzliche Komponente (Klebstoff) die Oberflächen der Grundwerkstoffe benetzt. Kleben findet vor allem Anwendung:

- wenn die zu fügenden Werkstoffe und Werkstoffkombinationen schwer bzw. nicht schweißbar sind (z. B. Titan oder Tantal mit korrosionsbeständigem Edelstahl),
- bei nicht lötbaren Werkstoffen mit geringer Temperaturbeständigkeit (z. B. Kunststoff, Aluminium),
- wenn verzugs- und spannungsarmes Fügen notwendig ist,
- beim Fügen temperaturempfindlicher Werkstoffe.

Beim Kleben wird – anders als beim Löten und Schweißen – der Grundwerkstoff nicht verändert. Da keine Diffusionsprozesse zwischen den eingesetzten Werkstoffen stattfinden, kann eine Vielzahl von Werkstoffkombinationen gefügt werden.

Es wird zwischen physikalisch und chemisch abbindenden Klebstoffen unterschieden. Für Vakuumanwendungen kommt das Kleben nur mit chemisch abbindenden Klebstoffen zum Einsatz, da physikalisch abbindende Klebstoffe ihre Haftung durch Verdunsten von Lösungs- oder Dispersionsmittel erreichen. Chemisch abbin-

dende Klebstoffe stellen ihre Klebeeigenschaft hingegen durch chemische Reaktionen, z. B. durch Vernetzen, her [8]. Dabei wird zwischen Zwei-(oder Mehr-) Komponenten- und Ein-Komponenten-Systemen unterschieden.

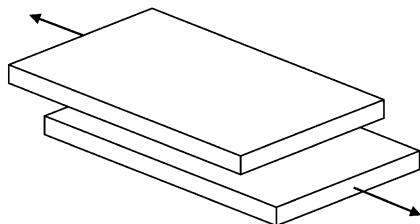
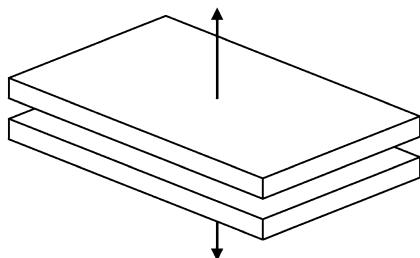
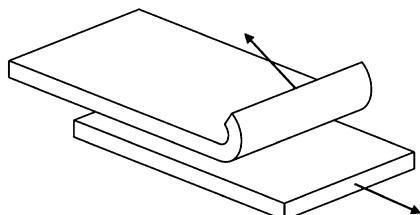
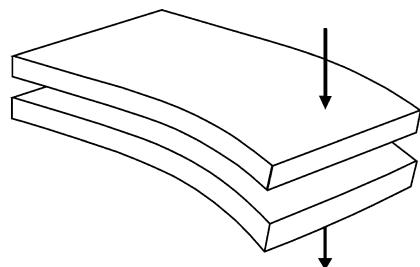
Bei 2-Komponenten-Klebstoffen (*2K-Klebstoffe*) werden zwei räumlich getrennte Zubereitungen eingesetzt. Eine der beiden Zubereitungen enthält Harzmonomere (*Binder*), während die andere Härter enthält. Mit dem Kontakt von Binder und Härter startet die chemische Reaktion zum Klebstoffpolymer. Deshalb lassen sich 2K-Klebstoffe nur innerhalb einer definierten Zeit verarbeiten. Nach dem Einbringen des Klebstoffs in die Fuge folgt die Aushärtezeit, in der sich die Endfestigkeit der Verklebung aufbaut. Diese Aushärtezeit wird durch Temperatur und elektromagnetische Wellen beeinflusst.

Bei 1-Komponenten-Klebstoffen (*1K-Klebstoffe*) wird der gebrauchsfertige Klebstoff direkt in die Klebefuge gebracht. Der Klebstoff härtet durch Veränderung der Umgebungsbedingungen aus. Dies kann beispielsweise durch Temperaturerhöhung, Zutritt von Luftfeuchtigkeit, Ausschluss von Luftsauerstoff oder Kontakt mit der Substratoberfläche geschehen. Auch bei den chemisch härtenden 1K-Klebstoffen sind chemische Reaktionen zwischen Binder und Härter für den Aufbau des Polymers verantwortlich. Im Unterschied zu den 2K-Klebstoffen können sie bei den vom Hersteller empfohlenen Lagerungsbedingungen nicht bzw. nur extrem langsam miteinander reagieren. In den Datenbanken der NASA [9] und der Europäischen Weltraumbehörde ESA [10] sind ca. 2500 Klebstoffe gelistet und bezüglich des Massenverlustes im Vakuum charakterisiert. Ein geringer Masseverlust (TML-Wert) weist dabei auf eine gute Vakuumtauglichkeit hin.

Kleben stellt extrem hohe Anforderungen an die Sauberkeit und Fettfreiheit der zu fügenden Oberflächen. Allein das Anfassen mit den Händen reicht aus, um die Klebwirkung zu mindern und die Klebung unbrauchbar zu machen. Die Klebefestigkeit kann durch mechanische Bearbeitung, wie z. B. durch Schleifen, Bürsten oder Strahlen, gesteigert werden. Durch das Aufrauen und die damit verbundene Vergrößerung der Oberfläche kann sich der Klebstoff zusätzlich formschlüssig in der Oberfläche verankern. Auch chemische (z. B. Beizen) oder physikalische (z. B. Corona-, Plasmaverfahren, Beflammen) Vorbehandlung kann die Klebefestigkeit erhöhen. Zur Nachbehandlung der Klebenahrt steht zum Beispiel das Primern (Konserverierung der Klebeverbindung) zur Verfügung. Die Nutzung von Primern verbessert die Haftungseigenschaft und schützt die Klebung vor Feuchtigkeit und Korrosion. Dabei muss der Primer immer an den Klebstoff angepasst sein.

Wie bei allen anderen Fügeverfahren, muss bei der Auslegung von Bauteilen, die verklebt werden sollen, klebegerecht konstruiert werden. Dies bedeutet, dass ausreichend große Klebeflächen in der Bauteilgestaltung vorgesehen werden. Die Klebenahrt selbst darf in der Anwendung nur auf Scherung (Abb. 6) und Zug (Abb. 7) beansprucht werden, eine Schäl-(Abb. 8) und Biegebeanspruchung (Abb. 9) muss vermieden werden.

Klebungen unterliegen stets der Alterung, deren Haltbarkeit durch mechanische (statische und dynamische Kräfte), chemische (Feuchtigkeit, Lösungsmittel) und physikalische (Wärme, UV- und andere Strahlung) Einflüsse bestimmt wird. Bei der

Abb. 6 Scherbeanspruchung**Abb. 7** Zugbeanspruchung**Abb. 8** Schälbeanspruchung**Abb. 9** Biegebeanspruchung

Wahl des Klebstoffs muss neben den Umweltbedingungen auch die mögliche Temperaturbelastung beachtet werden. Bei zu tiefen Temperaturen kann der Klebstoff versprüden und reißen. Bei zu hohen Temperaturen erweicht der Klebstoff und kann schmelzen/degradieren.

2.2 Lösbare Verbindungen

Aus Gründen der Flexibilität und einfachen Wartung sollten einzelne Komponenten einer Vakuumanlage lösbar miteinander verbunden werden. Formschlüssige und kraftschlüssige Verbindungen müssen in der Vakuumtechnik vielen anwendungstechnischen Aspekten genügen. Prozessbezogen müssen die Verbindungen unterschiedlichen Anforderungen entsprechen. Zu berücksichtigen sind:

- Druckbereich
- Ausgasverhalten
- Dichtheit
- Temperaturbeständigkeit
- Medienbeständigkeit
- Magnetisierbarkeit
- Partikelgenerierung

Alle lösbareren Verbindungssysteme in der Vakuumtechnik benötigen zur Gewährleistung der erforderlichen Dichtheit ein Dichtmedium, allgemein als Dichtung bezeichnet. Dichtungen zählen im Maschinen- und Anlagenbau zu den Konstruktionselementen und werden in statische und dynamische unterteilt (Abb. 10). In der Vakuumtechnik sind in beiden Fällen berührende Dichtungen üblich, aus Sonderanwendungen sind dynamische, berührungsreie Spaltdichtungen bekannt [11]. Statische Dichtungen für Vakuumanwendungen sind vor allem O-Ring-Dichtungen, Flachdichtungen, Schneideringdichtungen und Lippendichtungen, in speziellen Fällen werden Dichtmassen verwendet. O-Ring- und Lippendichtungen werden erst durch eine Druckdifferenz zwischen den abzudichtenden Räumen aktiviert, Flach- und Schneidkantendichtungen benötigen zur Dichtwirkung eine äußere anpressende

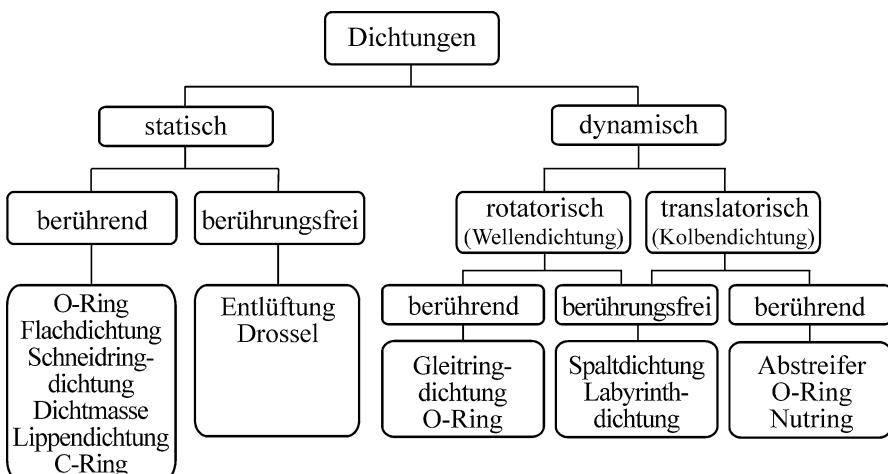


Abb. 10 Systematik der Dichtungen im allgemeinen Maschinen- und Anlagenbau

Kraft. Anders als im allgemeinen Maschinenbau üblich, werden in der Vakuumtechnik auch solche Dichtungen als dynamisch bezeichnet, die während des Betriebes einer Vakuumanlage gelöst bzw. verbunden werden, beispielsweise Ventiltellerdichtungen. Systematisch ist diese Einordnung zwar nicht ganz exakt, auch eine Ventiltellerdichtung hat ihre prinzipielle Funktion in der statischen Abdichtung, muss also niemals gleichzeitig dichten und eine Relativbewegung der Dichtungspartner zulassen. Dennoch soll diese weit verbreitete Einordnung hier verwendet werden.

Die in der Vakuumtechnik verbreiteten lösbareren Verbindungen lassen sich am zweckmäßigsten nach ihren Leckraten und somit nach dem Druckbereich klassifizieren, in dem sie eingesetzt werden können. Tab. 3 gibt einen Überblick der gebräuchlichsten Verbindungssysteme und -elemente.

Die Einteilung der verschiedenen Verbindungssysteme nach dem Druckbereich lässt erkennen, dass unterschiedlich hohe Leckraten der Verbindungen den Einsatz begrenzen.

2.2.1 Elastomergedichtete, statische, lösbare Verbindungen (KF, ISO und andere)

Elastomergedichtete Verbindungen basieren auf druckaktivierten Dichtungswerkstoffen und finden vom Überdruckbereich bis ins Vakuum Anwendung. Die Werkstoffzusammensetzung der Elastomerdichtungen und die Einbaugeometrie bestimmen die untere Druckeinsatzgrenze im Vakuum. Bei geeigneter Auswahl und Anordnung sind Elastomerdichtungen durchaus bis 10^{-8} Pa Enddruck verwendbar.

Das Grundprinzip elastomergedichteter Verbindungen besteht darin, dass ein elastischer Werkstoff zwischen zwei Dichtflächen verpresst wird. Durch die Elastizität entsteht eine Flächenpressung zwischen Dichtflächen und Dichtung, die das direkte Durchströmen von Gas verhindert bzw. minimiert. Die Geometrie der Dichtungen und der Dichtflächen kann in unterschiedlichsten Formen ausgeprägt sein. Neben der am weitesten verbreiteten Rundschnur (O-Ring) finden die X-Form, H-Form oder verschiedene Lippenformen Einsatz in der Dichtungstechnik. Da bei Vakuumanwendungen der Druckunterschied bei max. 1 bar liegt, bestehen die entscheidenden Herausforderungen in der Dichtheit. Im Maschinenbau wird unterschieden zwischen Krafthauptschluss und Kraftnebenschluss. Im Krafthauptschluss (Abb. 11 und 12) lastet die volle Montagekraft auf der Dichtung, was zu einem ausgeprägten Setzverhalten (Spannungsrelaxation) führt. Infolgedessen kommt es zu einer zeitabhängigen Abnahme der Dichtwirkung und somit zur Vergrößerung der Leckrate. In der Vakuumtechnik findet deshalb vorzugsweise das Kraftnebenschlussprinzip Anwendung (Abb. 13, 14, 15 und 16). Durch geeignet dimensionierte Nuten oder Stützringe wird die plastische Verformung reduziert und damit der Erhalt der Dichtwirkung verlängert (Abb. 15 und 16). Dabei ist darauf zu achten, dass der O-Ring beim Einbau in die Nut an der Flanke anliegt, an die er später durch die Druckdifferenz gepresst wird.

Einen erheblichen Einfluss auf die technische Dichtheit einer Elastomerdichtung hat die Härte des eingesetzten Elastomerwerkstoffes. Weichere Werkstoffe können Spalte in Dichtflächen besser verschließen, wogegen härtere Werkstoffe eine höhere Flächenpressung erzeugen. In der Vakuumtechnik werden üblicherweise Elastomerwerkstoffe mit einer Härte von Shore A 60 bis Shore A 85 eingesetzt [12].

Tab. 3 Lösbare Verbindungen der Vakuumtechnik und ihre Einsatzgebiete

Einsatzbereich	Verbindungssystem	Dichtungspartner	Dichtung	Typische Anwendungen	Typische He-Leckrate [Pa l/s]
Feinvakuum	Konische Schlifffverbindung	Glas-Kegelflächen	Fett	Glasapparate für Chemie/Biologie	k. A.
Hochvakuum	Lippendichtung	ebene Dichtflächen	Metall-C-Ringbeschichtet	Sonderanwendungen – große Nenndurchmesser	$1 \cdot 10^{-5}$
		ebene Dichtflächen	Elastomer-Lippendichtung	Vakuumbehältertüren	$1 \cdot 10^{-6}$
ISO-/KF-Flanschsystem		ebene Dichtflächen	Elastomer-O-Ring	Vakuumanlagen im Hochvakuum	$1 \cdot 10^{-6}$ ^a
Swagelok® Ultra-Torr	Metall-Kegelflächen		Elastomer-O-Ring	Rohrverschraubungen	$1 \cdot 10^{-7}$
Swagelok® VCR®	Metall-Dichtlippen		Metall-Flachdichtung	Ganzmetall-Fittinge	$4 \cdot 10^{-7}$
Ultrahoch-vakuum		ebene Dichtflächen	Metall-O-Ring hohl, gasgefüllt, beschichtet	Sonderanwendungen – große Nenndurchmesser	$4 \cdot 10^{-9}$
KF-Flanschsystem		ebene Dichtflächen	Metall-Kantendichtung		$1 \cdot 10^{-7}$
Bostec H-Seal® Helicoflex®	Schneidkante		Metall-Profildichtung	Sonderanwendungen	$< 1 \cdot 10^{-7}$
VATSEAL		ebene Dichtflächen	ummantelter Metallspiralring	Sonderanwendungen – große Nenndurchmesser	$< 1 \cdot 10^{-8}$
COF-Flanschsystem		ebene Dichtfläche keglige Dichtflächen	Metall-Profildichtung Metall-Runddraht	Ganzmetalldichtungen großer Nenndurchmesser	$< 1 \cdot 10^{-8}$
Extrem hohes Vakuum	CF/QCF-Flanschsystem	Schneidkante	Metall-Flachdichtung	Vakuumanlagen im UHV und XHV	$< 1 \cdot 10^{-9}$

^a Leckrate bei ISO- und KF-Flanschsystem abhängig vom Flanschwerkstoff

Abb. 11 Krafthauptschuss ohne Differenzdruck

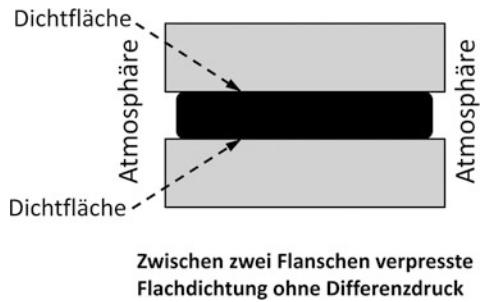


Abb. 12 Krafthauptschluss im Vakuum

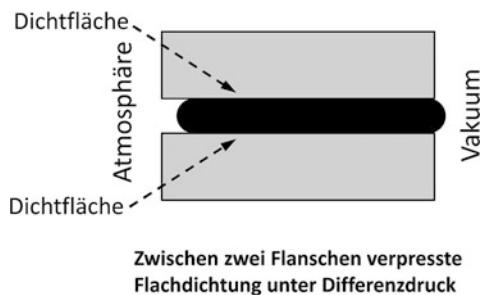


Abb. 13 Kraftnebenschluss mit O-Ring-Dichtung ohne Differenzdruck

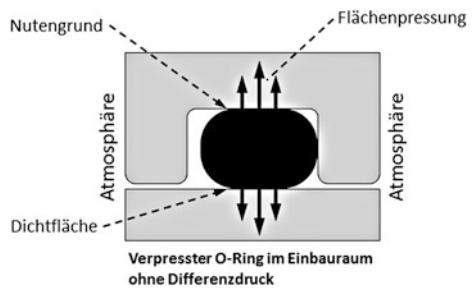


Abb. 14 Kraftnebenschluss mit O-Ring-Dichtung unter Differenzdruck

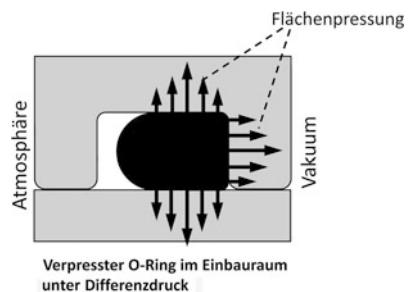


Abb. 15 Kraftnebenschluss mit O-Ring und Stützring ohne Differenzdruck

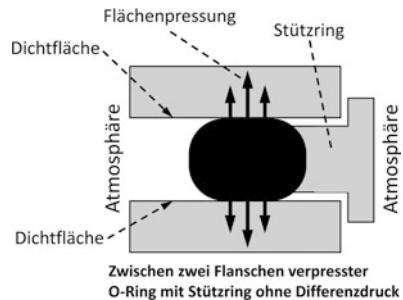


Abb. 16 Kraftnebenschluss mit O-Ring und Stützring unter Differenzdruck

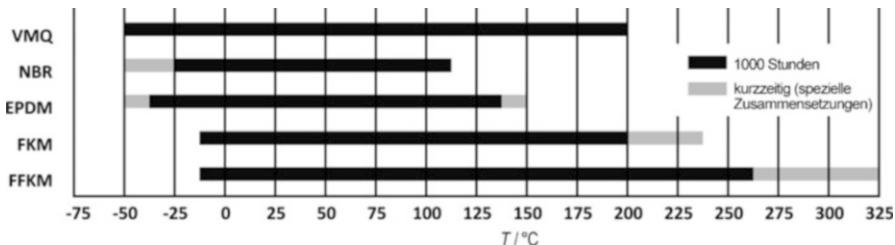
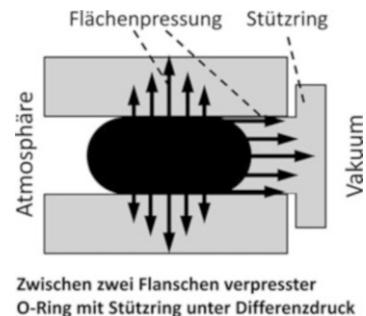


Abb. 17 Elastomerwerkstoffe der Vakuumtechnik und ihre Einsatztemperaturen und Einsatzdauer (Herstellerangaben): FFKM (Perfluor-Kautschuk, FKM (Fluor-Kautschuk), EPDM (Ethylen-Dien-Kautschuk), NBR (Acrylnitril-Butadien-Kautschuk), VQM (Methyl-Vinyl-Silicon-Kautschuk))

Die Dichtwirkung von Elastomeren ist auf einen materialabhängigen Temperaturbereich beschränkt. Unterhalb der Glasübergangstemperatur T_G befindet sich der Werkstoff in einem harten, glasartigen Zustand. Die elastischen Eigenschaften und damit die Dichtwirkung gehen vollständig verloren. Dieser Vorgang ist reversibel. Dagegen werden oberhalb der Zersetzungstemperatur T_Z Polymerketten zerstört und die Dichtwirkung damit dauerhaft aufgehoben. In der Regel werden die Einsatztemperaturen von Elastomeren für eine Einsatzdauer von 1000 Stunden angegeben. Soll eine Dichtung länger halten, darf sie nicht an der oberen Temperatureinsatzgrenze des Werkstoffes betrieben werden (Abb. 17).

In der Vakuumtechnik werden überwiegend NBR-, FKM- (früher FPM) oder FFKM-Elastomere eingesetzt, wobei sich FKM- und FFKM-Elastomere durch höhere chemische und Temperaturbeständigkeit auszeichnen. Sie bestehen hauptsächlich aus vernetztem Kautschuk und einem Füllstoff (z. B. Ruß). Der Kautschuk in seiner vulkanisierten Form sorgt für die Elastizität, über den Anteil des Füllstoffs wird die Härte des Elastomers eingestellt. Zusätzlich sind weitere Bestandteile wie Weichmacher, Schwefel als Vernetzungsmittel, Zinkoxid als Vernetzungsaktivator sowie diverse Verarbeitungshilfs- und Alterungsschutzmittel enthalten. Für Elastomerwerkstoffe gibt es keine Normen, in denen die genaue Zusammensetzung spezifiziert ist. Die Zusammensetzung ist daher stark vom Hersteller abhängig und das Produkt ist in seinen Eigenschaften (insbesondere bzgl. der Ausgasrate) auch bei ähnlicher Bezeichnung sehr unterschiedlich. Neben der Einsatztemperatur beeinflusst die umgebende Atmosphäre die Alterung von Elastomeren erheblich. Besonders Ozon lässt Elastomere schnell altern. Das starke Oxidationsmittel spaltet die Polymerketten und kann so auch bei niedriger mechanischer Belastung Risse verursachen. Das muss bei der Lagerung von Elastomerdichtungen beachtet werden, d. h. zirkulierende Luft und direkte Sonneneinstrahlung sollen vermieden werden. Generell wird empfohlen, Elastomerdichtungen regelmäßig auf Beschädigungen wie Oberflächenrisse zu kontrollieren. Rissige Dichtungen dürfen auf keinen Fall verwendet werden.

Die Gaspermeation wird durch die Werkstoffeigenschaften (Grundwerkstoff und Füllstoff) bestimmt und mit genormten Testverfahren gemessen [13]. Die Gaspermeation ist von Gasart und Temperatur abhängig. In Tab. 4 und 5 sind einige Gasdurchlässigkeitskoeffizienten in Abhängigkeit verschiedener Grundwerkstoffe, Werkstoffzusammensetzungen, Temperaturen und Gasarten aufgelistet.

Die Wirkung der Permeation kann reduziert werden, indem differenziell gepumpte Doppeldichtungen eingesetzt werden, da die die Permeationsrate durch die Druckdifferenz bestimmt wird. Dabei wird zwischen zwei Elastomerdichtungen ein umlaufender, separat evakuierbarer Raum geschaffen.

Das Ausgasverhalten von O-Ringen kann durch geeignete Prozesse reduziert werden. Abb. 18 zeigt am Beispiel von FKM- und FFKM-O-Ringen, wie sich das Ausgasverhalten durch geeignete Temperungsprozesse signifikant verringern lässt.

In vielen Anwendungen werden Elastomer-O-Ringe vor der Montage mit einem Fett versehen. Das Fett dient als Schutzfilm, begünstigt Ausweichbewegungen bei

Tab. 4 Gaspermeationskoeffizienten Q_p verschiedener Elastomerwerkstoffe in Abhängigkeit von der Temperatur (Herstellerangaben)

Polymertyp	Temperatur [°C]	Q_p (Helium) [$10^{-9} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1} \text{ bar}^{-1}$]
NBR	25	80
NBR	80	660
FKM	25	130
FKM	80	1310
FKM	150	4900
FFKM	25	40

Tab. 5 Gaspermeationskoeffizienten Q_p (von NBR-Elastomeren in Abhängigkeit ihres Acrylnitrilgehaltes (ACN) für verschiedene Gase und Temperaturen (Herstellerangaben)

Gas	Luft		Stickstoff		Kohlendioxid	
Temperatur [°C]	60	80	60	80	60	80
ACN-Gehalt NBR [%]	Gasdurchlässigkeitskoeffizient Q_p in $10^{-9} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1} \text{ bar}^{-1}$					
18	140	0	60	80	60	80
28	75	120	90	—	750	—
24	35	70	40	70	580	970
39	25	55	20	55	560	630
			10	25	300	480

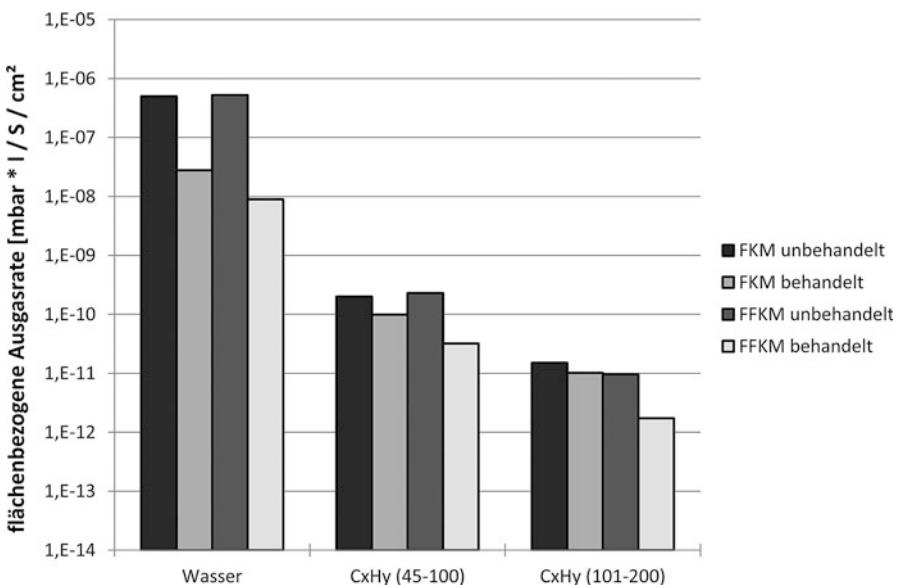


Abb. 18 Spezifische Ausgasraten für unbehandelte und ausgasarme O-Ringe aus FKM und FFKM

unzulässiger Krafteinwirkung und verschließt Rauheitstäler sowie kleinere Kratzer in den Dichtflächen. Im HV-Bereich ist darauf zu achten, dass nur geeignete Schmierfette verwendet werden, wie z. B. PTFE-gefüllte Schmierstoffe, die als vakuumtauglich deklariert sind. Im UHV-, XHV-Bereich und bei Ultra Clean Vacuum (UCV) dürfen keine Fette verwendet werden.

Bei der konstruktiven Gestaltung elastomergedichteter Verbindungen müssen bestimmte Richtlinien beachtet werden. Bei Flachdichtungen ist lediglich die unbeschädigte Oberfläche entscheidend, deren Ra 1,2 µm oder besser sein sollte. Profildichtungen dagegen müssen fixiert werden, was üblicherweise durch eine Nut geschieht. Lippendichtungen haben dazu meist eine weitere Wulst, die in die Nut

eingepresst werden kann. O-Ringe werden technologisch bedingt in rechteckigen Nuten fixiert, wobei die Nut immer breiter sein muss als die Schnurstärke des O-Rings. Elastomere sind inkompresible Werkstoffe, weshalb der Querschnitt der Nut den kompletten Dichtungsquerschnitt aufnehmen müssen. Dabei sind zusätzliche Effekte wie Quellung und thermische Ausdehnung zu berücksichtigen, die bei Elastomeren erhebliche Querschnittsänderungen hervorrufen können. FKM-O-Ringe beispielsweise dehnen sich zwischen 200 °C und 300 °C um bis zu 30 % aus. Dabei darf der O-Ring höchstens um bis zu 5 % gestreckt bzw. gestaucht werden, abhängig von der späteren Druckrichtung. Es ist bei der Montage darauf zu achten, dass die Streckung bzw. Stauchung gleichmäßig über die gesamte Länge der Dichtung verteilt ist. Das wird erreicht, indem die Dichtung zunächst über die volle Länge an einigen Stellen punktuell in die Nut gepresst und dann erst komplett eingebracht wird. Um Beschädigungen an den Dichtungen zu vermeiden, sollen die Außenkanten der Nut verrundet oder mit einer Fase versehen sein. Die Nuttiefe ist grundsätzlich so zu wählen, dass bei statischen Abdichtungen eine Verpressung (Querschnittsänderung) des O-Rings zwischen 15 % bis 30 % möglich ist.

Neben Rechtecknuten finden auch trapezförmige Nuten oder V-Nuten Anwendung, für deren Dimensionierung die genannten Richtlinien ebenfalls zu berücksichtigen sind. Die Rauheit der Dichtflächen muss hier Ra 0,8 µm oder besser sein (Abb. 19, 20, 21 und 22).

Elastomer-O-Ringe werden auch in Schraubverbindungen eingesetzt, bei denen die Dichtkraft über ein Gewinde eingebracht wird. Durch leichten Fetten können gequetschte O-Ringe, die zusätzlich Torsionskräften ausgesetzt sind, geschont wer-

Abb. 19 O-Ring
Elastomerdichtung

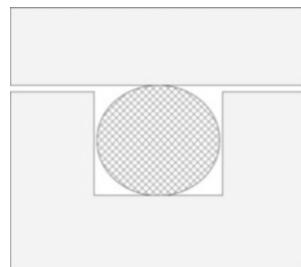


Abb. 20 Quadring
Elastomerdichtung

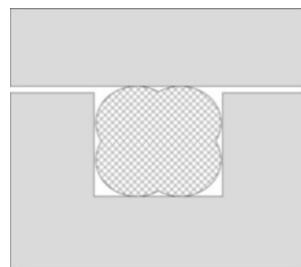


Abb. 21 I-Ring
Elastomerdichtung

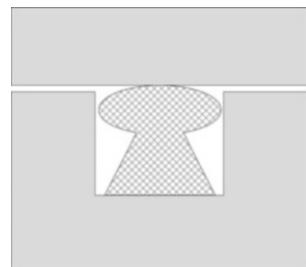


Abb. 22 Nutring
(Lippenring)
Elastomerdichtung

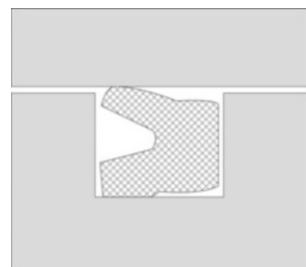
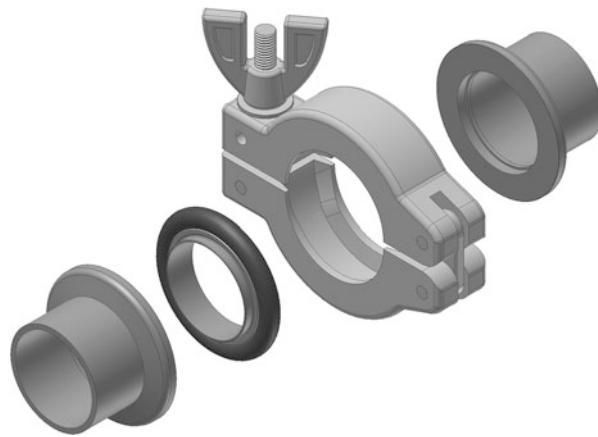


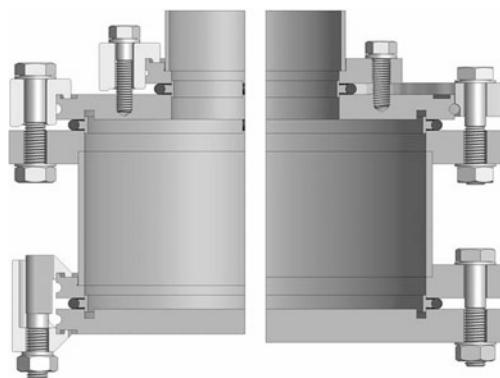
Abb. 23 Schematische
Zeichnung einer KF
(Kleinflansch)-
Schnellverbindung



den, was allerdings den Einsatz bei tiefen Drücken und die Ausgasarmut einschränkt.

In der Vakuumtechnik existieren genormte Kleinflansch-Schnellverbindungen (Abb. 23) und Klammerflansch-Verbindungen (Abb. 24), die in der DIN 28404:1986-10 „Vakuumtechnik; Flansche; Maße“ [14] bzw. der ISO 1609:1986-03 „Vakuumtechnik; Flanschabmessungen“ beschrieben werden [15]. Bei den ISO-Flanschverbindungen wird zwischen Klammerflanschen (ISO-K) mit Klammern oder Pratzen und ISO-F-Flanschen mit Schraubenlöchern unterschieden. Beide Varianten sind leicht miteinander kombinierbar, indem ein ISO-K-Flansch

Abb. 24 Schematische Zeichnung von ISO (Klammerflansch)-Verbindungen



mit einem Überwurfflansch zu einem ISO-F-Flansch wird. Im Anhang der Norm werden Dichtkräfte für die verschiedenen Nenndurchmesser angegeben. Aus der Anzahl der benötigten Schrauben und dem nominellen Durchmesser der verwendeten O-Ring-Dichtung ist eine Dichtkraft pro mm Dichtungslänge angegeben. Kleinflansch-Verbindungen (KF) werden in der DIN 28403:1986-09 „Vakuumtechnik; Schnellverbindungen; Kleinflansch-Verbindungen“ [16] bzw. der ISO 2861:2013-05 „Vakuumtechnik - Abmessungen von Kleinflansch-Schnellverbindungen“ [17] für die Nennweiten DN10, DN16(DN20), DN25(DN32), DN40 und DN50 beschrieben.

Zusätzlich zu den in der Norm aufgeführten Bestandteilen existiert eine Vielzahl weiterer Ausführungen des Spannelements, Spannketten aus Kunststoff, Aluminium oder Edelstahl, Überwurf-Halbschalen und Pratzen zur Direktmontage an Kammern. Um Metalldichtungen (z. B. Aluminium, Kupfer) im KF-Bereich zu dichten, sind Spannketten oder Halbschalen aus Edelstahl erforderlich. Bei KF- und ISO-Flanschsystemen wird in der Regel die Elastomer-O-Ringdichtung durch einen innen liegenden Zentrierring gehalten und mit einer Axialkraft, die zwischen den beiden Dichtflächen generiert wird, um maximal 22 % bis 25 % komprimiert. Die elastische Eigenschaft der Dichtung erzeugt eine Rückstellkraft, die in einer Flächenpressung zwischen den Dichtflächen und der Dichtung einen hermetischen Verschluss darstellt. Durch das Evakuieren des inneren Bereiches erzeugt die entstehende Druckdifferenz eine zusätzliche Kraftkomponente, die die Dichtwirkung noch einmal erhöht.

Neben diesen genormten Flanschsystemen gibt es weitere etablierte Verbindungen für Rohrverbindungen bis ca. 50 mm Durchmesser, die eine Elastomerdichtung verwenden. Mit Ultra-Torr-Verbindern von Swagelok® beispielsweise kann ein Rohr in einem Schweißfitting vakuumdicht geklemmt werden. Sie sind konstruktiv so gestaltet, dass der gequetschte O-Ring möglichst wenig Kontakt zum Vakuum hat.

Eine Besonderheit der Elastomerdichtungen stellen sogenannte aufvulkanisierte Dichtungen dar. Hier wird die Dichtung nicht lösbar mit einem der beiden Dichtungspartner verbunden. Besonders bei Vakuumventilen findet diese Variante häufig Verwendung.

2.2.2 Metallgedichtete, statische, lösbare Verbindungen

Im UHV- und XHV-Bereich werden Dichtungen aus einem metallischen Grundwerkstoff verwendet, wobei die metallischen Dichtungen zur Erreichung der nötigen Dichtwirkung plastisch verformt werden müssen. Die plastische Verformung sorgt dafür, dass die fertigungsbedingte Unebenheit und Welligkeit der Dichtflächen ausgeglichen und Rauheitstäler geschlossen werden. Als Dichtungswerkstoffe werden für die CF- und QCF-Verbindungen meist sauerstofffreies Kupfer hoher Reinheit (99,99 %, OFHC-Qualität, CU-OFE, Wst.Nr.: CW009A), seltener reines Aluminium (99,5 %, EN AW-1050) und in speziellen Anwendungen auch andere Metallwerkstoffe verwendet. Werden die Verbindungen über 200 °C ausgeheizt, sollten versilberte Kupferdichtungen verwendet werden, um die Dichtung vor Oxidation zu schützen.

Die am weitesten verbreitete Metalldichtung in der Vakuumtechnik ist die Kombination aus einer Flachdichtung und Dichtflächen mit Schneidkante (Abb. 25 und 26). In der ISO 3669:2017-08 „Vacuum technology – Bakeable flanges –

Abb. 25 Schematische Zeichnung einer CF-Flanschverbindung

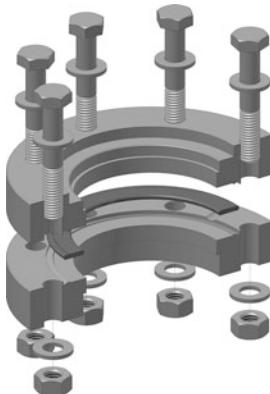
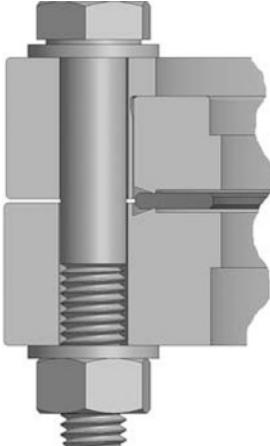


Abb. 26 Schnitzzeichnung einer CF-Flanschverbindung



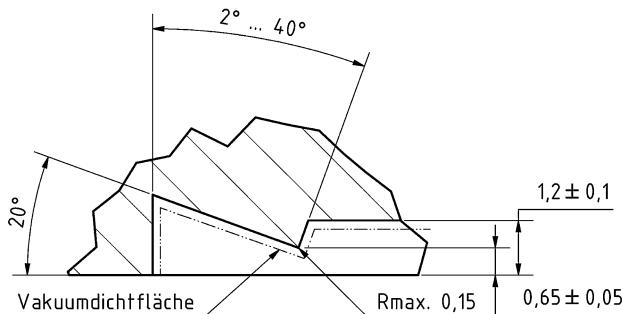
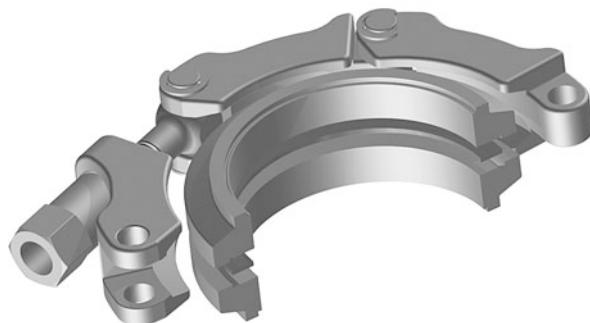


Abb. 27 CF-Flanschsystem: Querschnittzeichnung der Schneidkante

Abb. 28 Schematische Zeichnung einer QCF-Verbindung zur einfachen, schnellen und platzsparenden Realisierung von CF-Flanschverbindungen



Dimensions of knife-edge flanges“ sind die äußeren Flanschabmessungen und die Zahl und Lage der Schrauben in Abhängigkeit des Flanschdurchmessers definiert [18]. Die in der Realität aufzubringenden Dichtkräfte und die daraus resultierenden Anpressdrücke sind sowohl von den Härten der Flansch- und Dichtmaterialien als auch der Schneidkantengeometrie abhängig. Sie definiert neben den äußeren Abmaßen der Flansche auch die Geometrie der Schneidkante, die in Abb. 27 dargestellt ist. Für die Erzeugung der Dichtkraft ist die Verwendung von Schrauben aus Edelstahl A2 der Festigkeitsklasse 70 üblich, deren Dehngrenze bei 640 MPa liegt. Bestehen sowohl Flansche als auch Schrauben und Muttern aus Edelstahl, sind geeignete Maßnahmen zur Vermeidung des Kaltverschweißens (Fressen) der Gewinde zu ergreifen. Kaltverschweißen beschreibt die Bildung einer Verbindung zwischen Bauteilen aufgrund von Adhäsion. Aufgrund ihrer Adhäsionseigenschaften und der geringeren Härte sind Cr-Ni-Stähle im Vergleich zu den meisten anderen Stählen besonders anfällig für das Kaltverschweißen. Der Einsatz von Schmierstoffen (geeignet für die Vakuumtechnik) oder das Kolsterisieren® [19] von Verbindungselementen verringern die Gefahr des Kaltverschweißens [20].

Eine Weiterentwicklung des bestehenden CF-Flanschsystems stellt die QCF-Verbindung dar (Abb. 28 und 29). Dieses Flanschsystem vereint das einfache

Abb. 29 Schnittzeichnung einer QCF-Verbindung

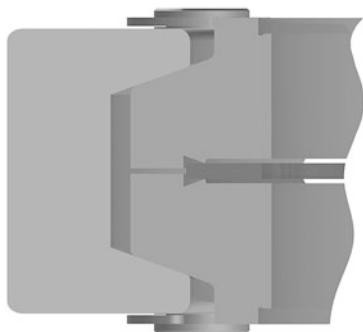


Abb. 30 Flachdichtung aus Metall und Dichtflächen mit Schneidekante

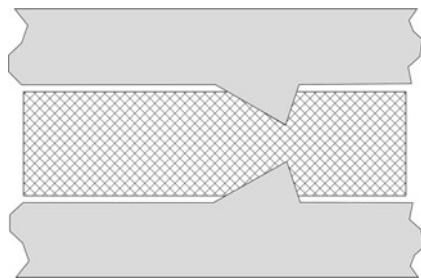
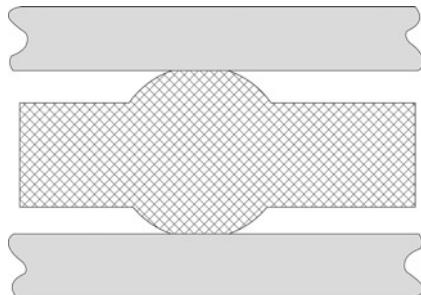


Abb. 31 Profildichtung aus Metall



Montageprinzip der KF-Verbindungen mit dem Dichtprinzip der CF-Verbindungen. Die Dichtkraft wird bei diesem Flanschsystem über eine VacFix®-Spannkette auf konisch geformte Flansche aufgebracht. Die Dichtung und Dichtfläche bzw. Schneidekante der Flansche entsprechen der ISO 3669:2017-08. Die Verwendung der VaCFix®-Spannkette erlaubt bei gleicher Dichtigkeit und Betriebssicherheit eine wesentlich einfachere, schnellere und platzsparendere Montage der Flanschverbindung als die mit Schrauben zu verbindenden konventionellen CF-Flansche.

Neben Flachdichtungen (Abb. 30) werden Profildichtungen (Abb. 31), Hohlringe mit offenem (C-Ring) (Abb. 32) oder rundem Querschnitt (O-Ring) (Abb. 33) sowie rautenförmige Querschnitte (z. B. VATSEAL) verwendet. Ein großer Vorteil dieser Dichtungsform ist die Anwendbarkeit für jede beliebige Flanschgeometrie.

Abb. 32 C-Ring-Dichtung aus Metall

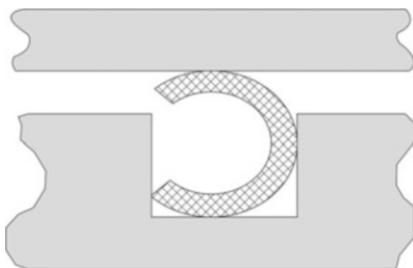


Abb. 33 O-Ring-Dichtung aus Metall

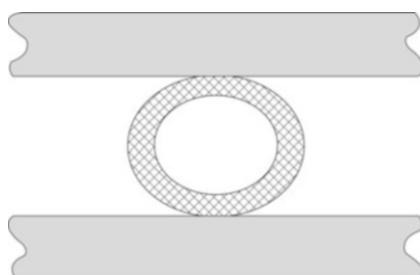
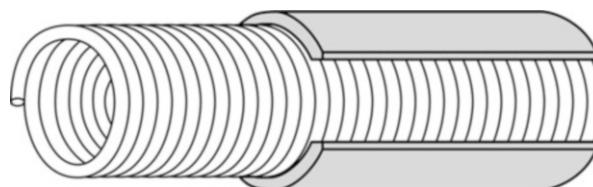


Abb. 34 Spiraldichtung Helicoflex®



Um mit Hohrring-Dichtungen eine bessere Dichtwirkung zu erzielen, werden sie auf der Außenseite häufig mit weichmetallischen Überzügen, z. B. Silber oder Aluminium, versehen. Eine Variante der Metall-C-Ringe sind die als Helicoflex® bezeichneten Dichtungen, bei denen eine zusätzliche Spiralfeder in den Ringquerschnitt hineingebracht wird. Die Feder bewirkt eine Vergrößerung und eine gleichmäßige Verteilung der Rückstellkraft (Abb. 34).

Drähte mit rundem Querschnitt werden vorzugsweise bei Flanschnennweiten von 400 mm bis 800 mm eingesetzt und sind unter COF-Verbindungen bekannt (Abb. 35). Ein Metalldraht, der als Runddichtung ausgeführt ist, wird zwischen zwei keglig geformten Dichtflächen verpresst. Der Vorteil der Verbindung liegt in den geringeren Montagekräften und der geringeren Anfälligkeit der Verbindung gegen Deformationen der Dichtung.

KF- und ISO-Flansche können ebenso metallgedichtet werden. Die Flansche müssen lediglich die benötigten Kräfte übertragen können. Sowohl Kanten- als auch Flachdichtungen sind erhältlich, aber nicht genormt.

Abb. 35 COF-Flanschsystem mit Drahtdichtung

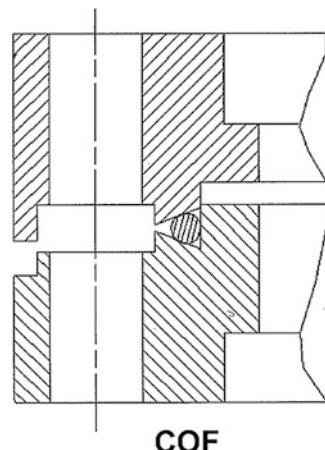
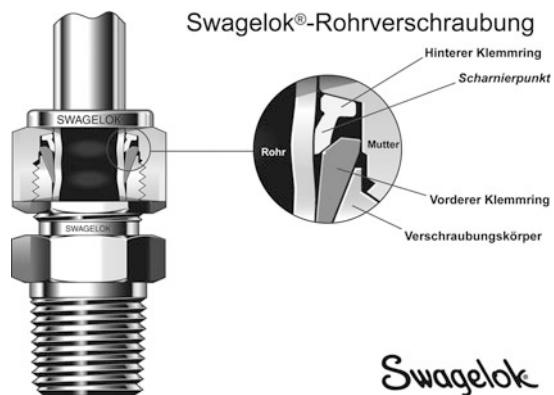


Abb. 36 Prinzipzeichnung einer Swagelok®-Verbindung (mit freundlicher Genehmigung von Swagelok®)



Swagelok®-VCR® Verbindung

Mutter mit Innengewinde

Stutzen

Dichtung

Körper



Swagelok®

Abb. 37 Prinzipzeichnung einer VCR®-Verbindung (mit freundlicher Genehmigung von Swagelok®)

Für Rohrverbindungen gibt es verschiedene metallgedichtete Lösungen. Die am weitesten verbreiteten Systeme sind die unter den Markennamen Swagelok (Abb. 36) und VCR® (Abb. 37) bekannten Verbindungen. Hierbei wird durch zwei aneinander gepresste Kegelflächen eine Schneidkante in die Außenfläche des Rohres gedrückt.

Literatur

1. Norm DIN 8593-0:2003-09: Fertigungsverfahren Fügen – Teil 0: Allgemeines; Einordnung, Unterteilung, Begriffe. Beuth, Berlin (2003)
2. Norm DIN 1910-100:2008-02: Schweißen und verwandte Prozesse – Begriffe – Teil 100: Metallschweißprozesse mit Ergänzungen zu DIN EN 14610:2005. Beuth, Berlin (2008)
3. Dorn, L.: Hartlöten und Hochtemperaturlöten. Expert, Renningen (2007)
4. Roth, A.: Vacuum Sealing Techniques. In: American Vacuum Society Classics. AIP Press, New York (1994)
5. Norm DIN EN ISO 5817:2014-06: Schweißen – Schmelzschweißverbindungen an Stahl, Nickel, Titan und deren Legierungen (ohne Strahlschweißen) – Bewertungsgruppen von Unregelmäßigkeiten. Beuth, Berlin (2014)
6. Norm DIN EN ISO 15607:2004-03: Anforderung und Qualifizierung von Schweißverfahren für metallische Werkstoffe – Allgemeine Regeln (ISO 15607:2003). Beuth, Berlin (2004)
7. Norm DIN EN ISO 17672:2010-11: Hartlöten – Lote. Beuth, Berlin (2010)
8. Norm DIN 8593-8:2003-9: Fertigungsverfahren Fügen – Teil 8: Kleben; Einordnung, Unterteilung, Begriffe. Beuth, Berlin (2003)
9. National Aeronautics and Space Administration (NASA): Materials and Processes Technical Information System (MAPTIS). <https://maptis.nasa.gov/Features.html> (2017). Zugegriffen am 04.10.2017
10. European Space Research and Technology Centre (ESTEC): ESMAT (ESTEC Materials) website and databases controlled by the ESTEC M&P division. <http://esmat.esa.int/Database/databases.html> (2017). Zugegriffen am 04.10.2017
11. Schubert, G., Jackel, C., Kirschstein, U.-C., Böhm, M., Schenk, C., Risse, S., Harnisch, G., Peschel, T., Bauer, R.: Mittels aerostatischer Lagerelemente geführter Tisch für Vakuumanwendung. 17.10.2013. Anmeldung: 04.11.2008. DE 102008019681B4. Fraunhofer Gesellschaft zur Förderung der Angewandten Forschung, Vistec Electron Beam GmbH, Jena (2013)
12. Norm DIN ISO 7619-1 (2012-02): Elastomere und thermoplastische Elastomere – Bestimmung der Härte – Teil 1: Durometer-Verfahren (Shore-Härte) (ISO 7619-1: 2010). Beuth, Berlin (2012)
13. Norm DIN 53536:1992-10: Prüfung von Kautschuk und Elastomeren; Bestimmung der Gasdurchlässigkeit. Beuth, Berlin (1992)
14. Norm DIN 28404:1986-10: Vakuumtechnik; Flansche; Maße. Beuth, Berlin (1986)
15. Norm ISO 1609:1986-03: Vakuumtechnik; Flanschabmessungen. Beuth, Berlin (1986)
16. Norm DIN 28403:1986-09: Vakuumtechnik; Schnellverbindungen; Kleinflansch-Verbindungen. Beuth, Berlin (1986)
17. Norm ISO 2861:2013-05: Vakuumtechnik – Abmessungen von Kleinflansch-Schnellverbindungen. Beuth, Berlin (2013)
18. Norm ISO 3669:2017-08: Vacuum technology – Bakeable flanges – Dimensions of knife-edge flanges. Beuth, Berlin (2017)
19. Bach, F.-W., Laarmann, A., Möhwald, K., Wenz, T.: Moderne Beschichtungsverfahren. WILEY-VCH, Weinheim (2004)
20. Wiegand, H., Kloos, K.-H., Thomala, W.: Schraubenverbindungen (Untertitel: Grundlagen, Berechnung, Eigenschaften, Handhabung). Springer, Heidelberg (2007)



Bauelemente der Vakuumtechnik

33

Ute Bergner

Zusammenfassung

Dichtheit und Ausgasverhalten sind die wichtigsten Kriterien für die passiven Komponenten der Vakuumtechnik. Diese bestehen neben den Vakuumkammern mit ihren speziellen Konstruktions- und Fügeanforderungen vor allem aus mechanischen, elektrischen und optischen Durchführungen (Schaugläser und Faserdurchführungen) und Ventilen zur Druckregelung. Des Weiteren müssen Möglichkeiten zum Temperaturmanagement bestehen. Im Abschn. 2, Vakuumhygiene, werden wissenschaftlich fundierte Hinweise gegeben, wie Vakuumprozesse zuverlässig, schnell und effizient gestaltet werden können.

1 Einleitung

Das folgende Kapitel gibt eine Übersicht über Bauelemente und Komponenten der Vakuumtechnik, die benötigt werden, um Prozesse im Vakuum zu beobachten, zu steuern und zu messen. Da der in der Vakuumtechnik genutzte Druckbereich unter dem Atmosphärendruck mehr als 15 Dekaden umfasst, ergeben sich vielfältige Anforderungen an die Komponenten und Verbindungstechnologien und deren Sauberkeit. Das Gesamtvolumen der Vakumanlage, das Ausgasverhalten der vakuumberührenden Werkstoffe, die auftretenden Leckraten und die Wahl der Pumpen sind maßgeblich für den erreichbaren Enddruck. Bereits in der Planungsphase muss eine Vielzahl von Aspekten berücksichtigt werden. Neben dem gewünschten Druckbereich sowie der Betriebs- und Maximal/Minimaltemperatur (durch z. B. Ausheizen/ Kühlen) der Anlage müssen die im Vakuum eingesetzten Werkstoffe und Medien

U. Bergner (✉)

VACOM Vakuum Komponenten & Messtechnik GmbH, Jena, Deutschland

E-Mail: Ute.Bergner@vacom.de

(Feststoffe, Flüssigkeiten, Gase) den Reinheitsanforderungen des Prozesses genügen und dürfen keine störenden Elemente freisetzen.

Im folgenden Abschn. 2 wird auf Grundregeln im sauberen Umgang mit Vakuumkomponenten eingegangen. Es werden Verunreinigungen im Sinne der Vakuumtechnik klassifiziert und erläutert sowie Methoden und Verfahren aufgezeigt, mit denen die Sauberkeit von Bauteilen messbar und vergleichbar gemacht werden kann.

2 Vakuumhygiene

Vakuum wird häufig erzeugt, um Prozesse unter ungestörten bzw. wohldefinierten Umgebungsbedingungen ablaufen zu lassen. Dabei muss das evakuierte System vor eindringenden Gasen (durch atmosphärische Gase oder von undichten Flüssigkeitsleitungen) geschützt werden und frei von bzw. arm an Verunreinigungen sein. Eindringende Gase und Verunreinigungen der vakuumerhöhrenden Teile können die im Vakuum ablaufenden Prozesse stören und den erreichbaren Enddruck begrenzen. Die letztlich notwendige Sauberkeit des Vakuums, die Vakuumhygiene, hängt allerdings immer von den spezifischen Anforderungen des jeweiligen Prozesses ab.

Abb. 1 gibt eine Übersicht über mögliche Störfaktoren der Prozessumgebung im Vakuum.

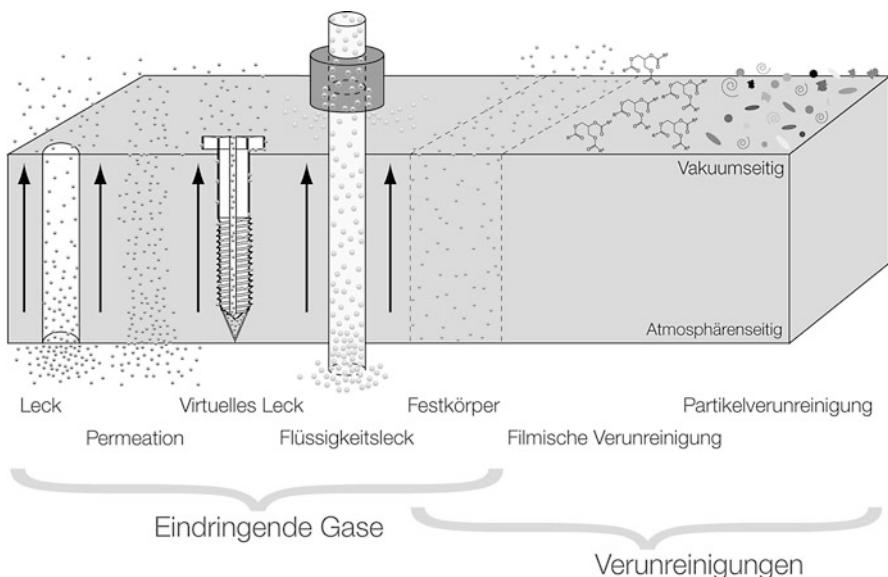


Abb. 1 Störquellen im Vakuum



Experimentierkammer für die Grundlagenforschung mit Drehdurchführung DN 800/850 COF und DN 160 CF.



XYZ-Manipulator mit differentiell gepumpter Drehdurchführung DN160CF, motorisiert inkl. Encoder und Endschalter.

Vakuumkammer-Familie für den Hochenergie-Speicherring eines Teilchenbeschleunigers.



PiNK®

PINK GmbH

Vakuumtechnik

Gyula-Horn-Str. 20

97877 Wertheim

Germany

T +49(0)9342/872-0

F +49(0)9342/872-111

info@pink-vak.de

www.pink-vak.de

UHV- und XHV-Systeme

PINK, der Weltmarktführer für vakuumtechnische Sonderanlagen, produziert seit rund 30 Jahren Anlagen und Systeme nach Kundenanforderung. Zum umfassenden Produktspektrum zählen u.a. UHV-Systeme für Linearbeschleuniger, Ionenstrahl-Therapieanlagen, Präzisionsbeschichtungsanlagen, Dichtheitsprüfanlagen sowie Hochvakuum-Lötöfen.

Führende internationale Technologieunternehmen, u.a. aus der Halbleiter- und Elektronikindustrie, der Medizintechnik, der Luft- und Raumfahrt sowie der Wissenschaft und Forschung vertrauen auf die innovativen Produkte des Familienunternehmens aus Wertheim.

Vakuumtechnik

Das Eindringen von atmosphärischen Gasen geschieht über drei mögliche Wege: Lecks, Permeation und virtuelle Lecks. *Atmosphärische Lecks* entstehen meist an Verbindungsstellen beim Fügen oder Montieren. Weitere Lecks können durch Undichtigkeiten an Flüssigkeitskühlleitungen, die im Vakuum verlegt werden, entstehen. Letztere sind im Restgasspektrum aufgrund ihrer Signatur in der Regel gut von den atmosphärischen Lecks zu unterscheiden. Die *Permeation* (► Kap. 11, „*Sorption und Diffusion*“) von Umgebungsgasen durch die Wand in den Vakuumrezipienten kann durch den Einsatz geeigneter Werkstoffe und die Einhaltung von Mindestwandstärken auf ein gegenüber Desorptionseffekten vernachlässigbares Niveau minimiert werden. Sogenannte *virtuelle Lecks* bezeichnen im Vakuum versehentlich eingeschlossene Gasvolumina. Sie entstehen beispielsweise beim Montieren einer Schraube unter Atmosphäre in ein Sackgewinde. Im Vakuum strömt dann das eingeschlossene Gas an der Gewindeführung entlang sehr langsam und kontinuierlich in die Kammer. Dabei bildet das eingeschlossene Volumen über Monate hinweg eine kontinuierliche Gasquelle mit den Eigenschaften eines atmosphärischen Lecks. Mit einer Entlüftungsbohrung oder durch Schlitzen des Schraubengewindes kann das Gas problemlos evakuiert und damit dieses scheinbare Leck beseitigt werden.

Neben den eindringenden Gasen können die weiteren Störquellen in drei Klassen eingeteilt werden: Partikel, molekulare Verunreinigungen (auch als filmische Verunreinigungen bezeichnet) und Verunreinigungen aus dem Festkörpermaterial. Tab. 1 gibt eine Übersicht über die Art dieser Verunreinigungen, deren mögliche Quellen und etablierte Nachweismethoden.

Partikel verhindern die Dichtwirkung von zu fügenden oder zu montierenden Flächen und können Prozesse im Vakuum stören, indem sie sich beispielsweise auf die zu untersuchende oder im Prozess befindliche Oberfläche absetzen. Eine besonders große Herausforderung besteht darin, eine Partikelgeneration bei Bewegungen im oder an den Grenzbereichen zum Vakuum aufgrund des eingeschränkten Einsatzes von Schmiermitteln zu vermeiden. So ist Fett als Schmiermittel zur Vermeidung von Kaltverschweißungen („Festfressen“) von Schraubverbindungen und Reibungsverlusten unter vielen Bedingungen geeignet. Im Vakuum müssen ausgasarme Schmiermittel verwendet werden oder es ist mit modernen Werkstoffen zu arbeiten, die weder Kaltverschweißungen noch Abrieb zeigen [1]. Auch klassische Werkstoffe wie z. B. Edelstähle können durch Oberflächenveredlung für den Einsatz ohne Schmiermittel im Vakuum vorbereitet werden. Ein Beispiel ist das Kolsterisieren® von Edelstahloberflächen [2].

Als Verunreinigungen bezeichnen wir neben Partikeln auch Substanzen, die sich in oder auf der vakuumberührenden Oberfläche von Festkörpern befinden und unter atmosphärischen Bedingungen bei Raumtemperatur im festen oder flüssigen Aggregatzustand vorliegen. Im Vakuum können diese dann mit oder ohne katalytische Einwirkung (sog. prozessinduzierte Ausgasung) in die Gasphase übergehen; insbesondere dann, wenn der Dampfdruck der Substanz durch den Kammerdruck unterschritten wird. Eine prozessinduzierte Ausgasung liegt z. B. in Teilchenbeschleunigern vor, wo hochenergetische Teilchen oder Strahlung auf die Kammerwand treffen

Tab. 1 Übersicht der Ursachen und Nachweismethoden von Verunreinigungen

	Partikel	Filmische Verunreinigungen	Festkörperverunreinigungen
Beispiele	Späne Staub Mikro- und Nanostaub	Wasser/Kalk Öle Kühlschmiermittel Proteine Hautfette	im Festkörper gebundene Gase (H_2) Legierungsbestandteile (Si, Pb, Zn, SnN...) Weichmacher Oxid-/ Korrosionsschicht
Ursache	Mechanische Bearbeitung (Fräsen, Drehen, Sägen, Polieren, Schleifen, Sandstrahlen), Lagerung an Atmosphäre, Schwebende Partikel in der Reinigungsflüssigkeit, Fusseln von Putztüchern, Partikelabrieb während der Handhabung, Verpackungsmaterial	Betriebsstoffe der mechanischen Bearbeitung (Fräsen, Drehen, Sägen), Anfassen der Bauteile ohne Handschuhe, Hautfett, Niesen Minerale und Kohlenwasserstoffe in der Reinigungsflüssigkeit, Reste von Reinigungsmitteln	Schweißen (Anlauffarben), Natürliche Affinität von Elementen des PSE, Verunreinigungen im Herstellungsprozess, Legierungs- Beimischungen
Nachweismethoden qualitativ	Betrachtung unter Schwarzlicht Betrachtung unter Weißlicht (Schräg-/ Streiflicht)	Restgasanalyse (RGA) im Vakuum mit QMS TDS	Restgasanalyse (RGA) im Vakuum mit QMS
quantitativ	Partikelzähler (optisch) SEM AFM	Restgasanalyse (RGA) im Vakuum mit QMS Fluoreszenzmessung Ausgas-Akkumulations-methode	Restgasanalyse (RGA) im Vakuum mit QMS XPS, SIMS, AES TML

und dadurch Atome oder Moleküle von der Oberfläche und/oder aus dem Festkörper in die Gasphase übergehen.

Im Gegensatz zu den *Verunreinigungen*, die auf Festkörperoberflächen oder im Festkörper selbst vorliegen, bezeichnen *molekulare Verunreinigungen* oder *filmische Verunreinigungen* solche Kontaminationen, die zusätzlich z. B. durch Herstell-, Lagerungs- oder Handhabungsschritte auf die Oberflächen kommen. Je nach benötigtem Vakuumregime oder geplantem Prozess bestehen sehr unterschiedliche Anforderungen an die Werkstoffzusammensetzung und die Sauberkeit der Komponenten sowie an die Handhabung der Komponenten. So kann beispielsweise Fett im Grobvakuum (oberhalb des Dampfdrucks der Substanz) eine dichtende Wirkung

haben, jedoch im Hochvakuum und bei kleineren Drücken (unterhalb des Dampfdrucks der Substanz) infolge der nun flüchtigen Kohlenwasserstoffe störend sein. Deshalb ist im Hoch- (HV), Ultrahochvakuum (UHV) und im extrem hohen Vakuum (XHV) grundsätzlich mit Handschuhen zu arbeiten, um eine Kontamination der Komponenten mit Hautfett zu vermeiden. Besonders hohe Reinheitsanforderungen im Hochvakuum stellt die Halbleiterindustrie, insbesondere die EUV-Lithographie. Für diese hohen Reinheitsanforderungen im Hoch- und Feinvakuum hat sich der Begriff *Ultra Clean Vacuum (UCV)* etabliert.

Zum Nachweis von Verunreinigungen können verschiedene Verfahren angewendet werden, die in Tab. 1 dargestellt sind. Je nach Bauteilwerkstoff und -geometrie und abhängig von den zu untersuchenden Kontaminationen und benötigten Nachweisgrenzen kann eine Reihe von unterschiedlichen qualitativen und quantitativen Bewertungs- und Messmethoden herangezogen werden. Vom Grundprinzip her werden dabei die Kontaminationen zuerst von der Oberfläche oder aus dem Volumen gelöst (z. B. durch den Übergang in die Gasphase bei Massenverlust, Restgasanalyse (RGA) und thermischer Desorptionsspektroskopie (TDS) oder durch Beschuss mit hochenergetischen (geladenen) Teilchen oder Strahlung bei Sekundärionenmassenspektrometrie (SIMS), Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) und Atomemissionsspektrometrie (AES)), um anschließend analysiert zu werden (z. B. per Quadrupol-Massenspektrometer (QMS) bei RGA, SIMS oder per Elektronendetektor bei XPS, AES). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse verschiedener Verfahren ist jedoch durch die Art der Extraktion und die konkrete Analysemethode nur eingeschränkt gegeben. Zum Nachweis molekularer bzw. filmischer Verunreinigungen (Wasser, Kohlenwasserstoffe, Kühlschmiermittel etc.) hat sich die Restgasanalyse (RGA) als Verfahren etabliert [3]. Dabei werden die von Komponenten und Kammern im Vakuum ausgasenden Substanzen per Quadrupol-Massenspektrometer (QMS) qualitativ und quantitativ untersucht. Dieses Verfahren ist hervorragend angepasst an die Anforderungen verschiedener Vakuumanwendungen, da die Bauteile während der Prüfung ähnlichen Bedingungen ausgesetzt sind wie im späteren Betrieb der Vakuumanlage.

Neben dem Nachweis von Verunreinigungen bzw. der Prüfung der Bauteilsauberkeit sind das Reinigen von Vakuumkomponenten und die Konservierung des Sauberkeitszustandes durch geeignete Verpackungen zu einem wichtigen Bestandteil der Vakuumtechnik geworden [3]. Tab. 2 gibt eine Übersicht über die in der Vakuumtechnik etablierten Werkstoff- und Oberflächenbehandlungsmethoden. Detaillierte Informationen zu den Wirkungsmechanismen und erzielbaren Reinigungserfolgen der einzelnen Verfahren können den in der Tabelle angegebenen Literaturstellen entnommen werden. Während glatte Flächen aus Edelstahl vergleichsweise einfach zu reinigen sind, erhöhen sich Schwierigkeitsgrad und Aufwand der Reinigung mit der Komplexität der Geometrie (z. B. Sackgewinde, Membranbälge, dünne gebogene Rohre, Erodierschlitz) und Werkstoffvielfalt (Aluminium, Kupfer, Elastomere). Aufbauend auf den dargestellten Informationen lassen sich für bestimmte Vakuumapplikationen geeignete Reinheitsanforderungsprofile und Reinigungsprozesse zusammenstellen. Detaillierte Hinweise zu etablierten Reinigungsprozessen für UHV-Komponenten finden sich z. B. in den Veröffentlichungen der Teilchenbeschleuniger DESY [16], FAIR [17] und CERN [18].

Tab. 2 Übersicht von in der Vakuumtechnik etablierten Reinigungsverfahren

Nasschemisches Reinigen	Elektrochemisches Reinigen	Mechanisches Reinigen	Trockenreinigung
Wässrige Lösung <ul style="list-style-type: none"> • Wasser • Deionisiertes Wasser • Tensidezusatz (basisch, sauer, neutral) • Lösungsmittel <ul style="list-style-type: none"> • Isopropanol • Aceton Unterstützbar durch: <ul style="list-style-type: none"> • Ultraschall [4] • Hoch- und Niederdruck 	Elektropolieren [5] Plasmapolieren [6] [7] Beizen	Abwischen mit Tuch [8] <ul style="list-style-type: none"> • trocken • feucht • lösungsmittelgetränk Polieren* [9] Schleifen* Glasperlenstrahlen* [10] CO ₂ -Schneestrahlen [11] Abblasen, z. B. mit trockenem Stickstoff	Ausheizen unter Atmosphärendruck Ausheizen unter Vakuum [12] H ₂ -arm Glühen [13] Plasmareinigung [14] Ozonreinigung [15]

* nicht im Reinraum durchführbar

3 Komponenten

3.1 Standardkomponenten und Kammern

Die Konstruktion einer Vakuumkammer beeinflusst entscheidend den Erfolg und die Reproduzierbarkeit von Prozessen oder Experimenten und ist zugleich ein wesentlicher Kostenfaktor. Mit den heute zur Verfügung stehenden Werkstoffen und Fertigungsmethoden kann ein Großteil der Anforderungen im Kammerbau mit Standardkomponenten realisiert werden. Zum Aufbau von Vakuumsystemen werden unterschiedliche Komponenten benötigt (Abb. 2). Leckdichte Verbindungen werden in erster Linie über genormte Flansche erzielt. Über Verbindungs- und Verteilerrücke wie z. B. Kreuzstücke oder Krümmer werden funktionelle Komponenten verbunden.

Neben der vakuumgerechten Konstruktion von Vakuumkammern wird das Prinzip wichtiger funktionaler Komponenten wie Ventile sowie elektrische, mechanische und optische Durchführungen beschrieben. Ergänzend werden die Möglichkeiten der Zu- und Ableitung von Wärme zur Sicherung der Prozessstabilität erläutert.

3.1.1 Vakuumgerechtes Konstruieren und Fügen

Vor und auch während der Planung und Konstruktion eines Vakuum-Rezipienten sollte sich der Anwender über mögliche auftretende mechanische Belastungen, prozessbedingte mechanische Spannungen, die Werkstoffauswahl, die notwendigen Wandstärken, die Auslegung der Fügebereiche und erforderliche Toleranzen der Schnittstellen (Flanschabgänge) Gedanken machen. Die Klärung dieser



Abb. 2 Vakuumkomponenten

Fragen ermöglicht es, die Vakuumkammer für die spätere Anwendung optimal auszulegen.

Durch die Verwendung von Werkstoffen mit geringem Eigendampfdruck und nichtporösen Oberflächen können unerwünschte Ausgasungen minimiert werden. Neben der benötigten mechanischen Stabilität gegen Atmosphärendruck sowie Korrosionsbeständigkeit sollten die Oberflächen gut zu reinigen sein. In Abhängigkeit von der Anwendung werden in der Vakuumtechnik üblicherweise Edelstähle, Aluminium, Kupfer, Glas, spezielle Elastomere (FKM z. B. Viton[®], PTFE z. B. Teflon[®]) und Keramiken verwendet. Die Vakuumkammern lassen sich aus fertigungstechnischer Sicht in drei Gruppen einteilen.

Zylinderkammern Die einfachste Konstruktionsform ist die Zylinderkammer (Abb. 3). Sie zeichnet sich durch eine sehr stabile Geometrie aus. Daraus ergibt sich der Vorteil, dass bei Zylinderkammern mit relativ geringen Wandstärken gearbeitet werden kann. Zylinderkammern können über Schweißflansche, speziell gefertigte „Deckel“, Klöpperböden oder gewölbte Scheiben geschlossen werden. Für die Konstruktion von Zylinderkammern bietet die Industrie Standardelemente sowohl für die Kammer mit verschiedenen Rohrdurchmessern und Wandstärken als auch für den Verschluss der Kammer.

Kugelkammern Eine weit verbreite Variante ist die Kugelkammer (Abb. 4). Kugeln verfügen über eine besonders stabile Geometrie gegen äußere und innere Belastung (Druck). Trotz fertigungsbedingt größeren Toleranzen der Kugeln bzw. Halbkugeln sind genaue Fokuspunkte mit modernen Technologien realisierbar.

Sowohl bei Zylinder- als auch Kugelkammern steigt der Fertigungsaufwand mit der Verringerung der Toleranzen überproportional. Bereits in der Konzeptionsphase sollte geprüft werden, ob mit einer Justagemöglichkeit an den zu montierenden Bauelementen die notwendige hohe Genauigkeit kostengünstiger erreicht werden kann.

Abb. 3 Zylinderkammer mit Anschlussflanschen in CF-Ausführung

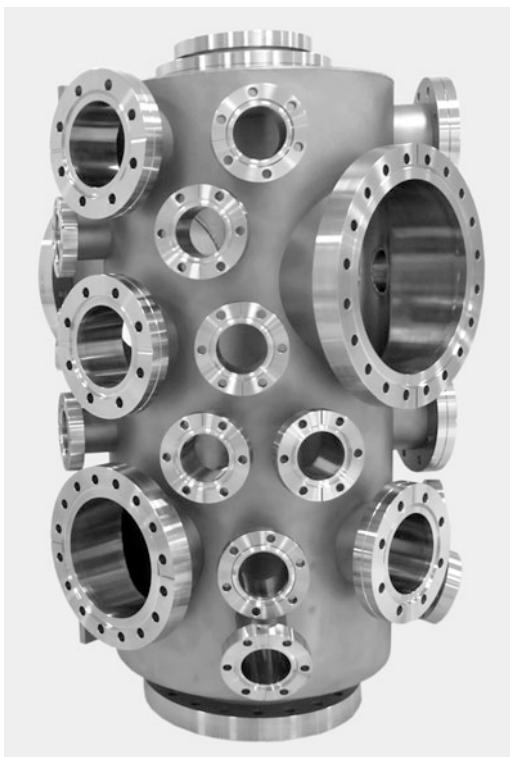


Abb. 4 Kugelkammer mit Anschlussflanschen in CF-Ausführung

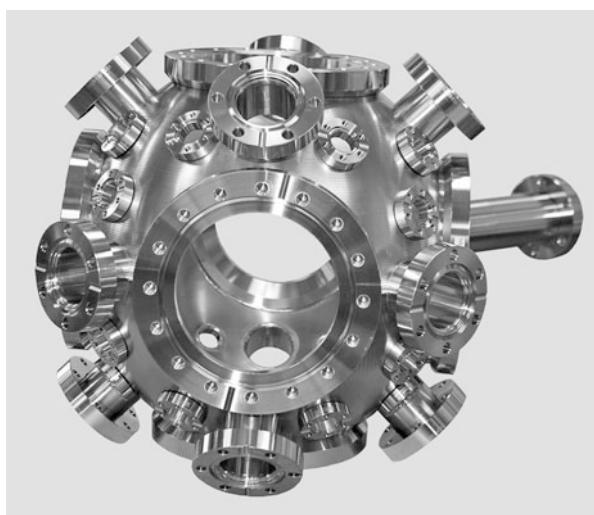
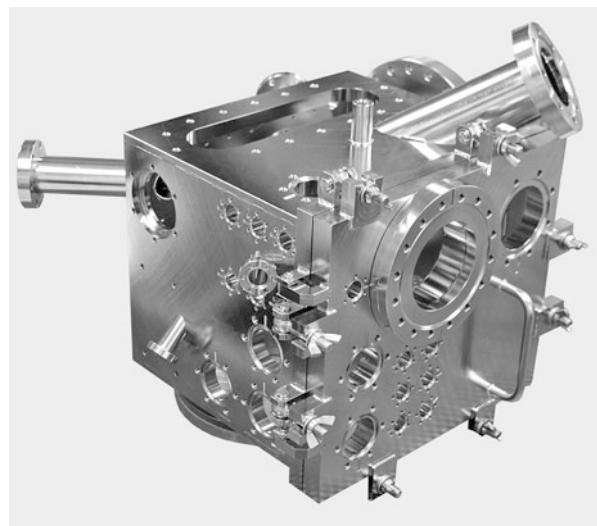


Abb. 5 Rechteckkammer mit verschiedenen Anschlussflanschen und Schnellschlusstür



Rechteckkammern Eine dritte Variante sind Rechteckkammern (Abb. 5). Bei Rechteckkammern muss in Abhängigkeit von der Anwendung bei der Auslegung deutlich mehr Wert auf die mechanische Stabilität gelegt werden. Rechteckkammern sind aufgrund ihrer Geometrie während des Abpumpens anfällig gegen Einbeulen. Für die mechanische Auslegung von Rechteckkammern empfiehlt sich der Einsatz von FEM-Software zur Berechnung der Durchbiegung der Seitenwände.

Abb. 6 zeigt, wie durch konstruktive Maßnahmen und mittels Überprüfung durch FEM-Berechnungen Wandstärken und Durchbiegungen minimiert und Kosten eingespart werden können.

3.1.2 Doppelwandige Vakuumkammern

Für verschiedene Prozesse ist es notwendig, Kammern zu beheizen oder auch Wärme abzuführen. Im Kammerbau lässt sich das durch Aufschweißen von Kühlbahnen (Abb. 7) oder doppelwandige Kammern realisieren. Um Verwirbelungen zu verhindern und einen effektiven Temperautausch zu erreichen, sind zwischen den Wänden entsprechende Leitbleche zu installieren, die dem Medium eine Zwangsrichtung vorgeben (Abb. 8).

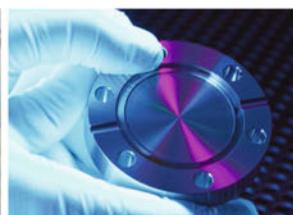
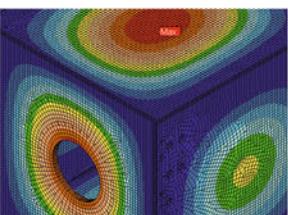
3.1.3 Auslegung von Vakuumbehältern

Vakuumbehälter müssen hinsichtlich auftretender Spannungen und Druckdifferenzen sicher und zuverlässig ausgelegt werden. Im Gegensatz zu Überdruckbehältern existiert für Vakuumbehälter kein verbindliches Regelwerk. Unabhängig davon erfolgen Materialauswahl, Berechnung, Auslegung, Herstellung, Prüfung und Inbetriebnahme nach anerkannten Regeln der Technik.

10⁻ⁿ
mbar
VACOM®



NICHTS ist unerreichbar.



www.vacom.de

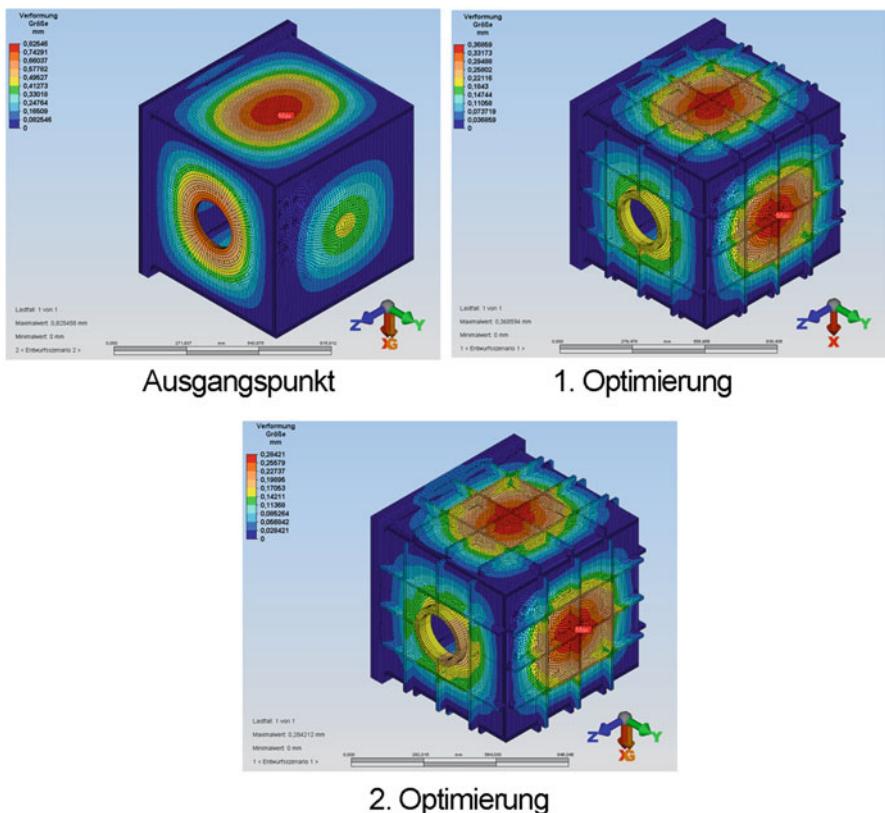


Abb. 6 FEM-Simulation der Einbeulung an einer Rechteckkammer

Abb. 7 Kreuz mit angeschweißten Kühlbahnen



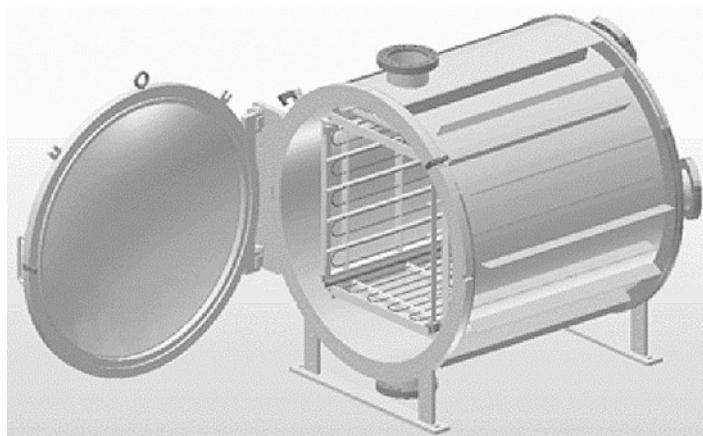


Abb. 8 Doppelwandiger Vakuumofen mit Leitblechen

Zur Orientierung definieren z. B. Großforschungsinstitute wie CERN, DESY, BESSY oder ESRF ihre Anforderungen an Werkstoffe, Herstellung und Prüfung sehr spezifisch.

Für die Berechnung von Kammern kann auf die Merkblätter der „Arbeitsgemeinschaft Druckbehälter“ im AD 2000-Regelwerk [19] zurückgegriffen werden, das alle wesentlichen Sicherheitsanforderungen gemäß der europäischen Druckgeräterichtlinie spezifiziert. Darin sind auch die Berechnungsgrundlagen übersichtlich zusammengefasst.

B 0 – Berechnung von Druckbehältern (allgemeiner Teil)

B 3 – gewölbte Böden unter innerem und äußerem Überdruck

B 4 – Tellerböden

B 6 – Zylinderschalen unter äußerem Überdruck

Die Blätter B 3, B 4 und B 6 enthalten auch Gleichungen für die Berechnung und Überprüfung von Wandstärken bei äußerem Überdruck, die für die Auslegung von Vakuumkammern genutzt werden können.

Beispiel 1

Dimensionierung von Vakuumbehältern an einem Berechnungsbeispiel

Aufgabe: Für eine Vakumanwendung soll eine Vakuumkammer mit einer Länge von 1000 mm und einem Außendurchmesser von 750 mm hergestellt werden. Welche Wandstärke ist für den Behälter notwendig, wenn im Inneren der Kammer Vakuum und außerhalb der Kammer Atmosphärendruck anliegt?

Für die Dimensionierung ist der Druck im Behälter gleich Null zu setzen. Der Außendruck beträgt 100 kPa (1 bar). Der Behälter hat die Form eines Zylinders mit gewölbten Böden (sog. Klöpperböden) (Abb. 9). Bei der Auslegung darf die zulässige Spannung in der Wand nicht überschritten werden. Gleichzeitig muss die Sicherheit gegen plastisches Einbeulen gegeben sein. Die Spannung σ berechnet sich aus der Gleichung $\sigma = \frac{pR}{Sw}$

Abb. 9 Dimensionierung einer zylindrischen Vakuumkammer

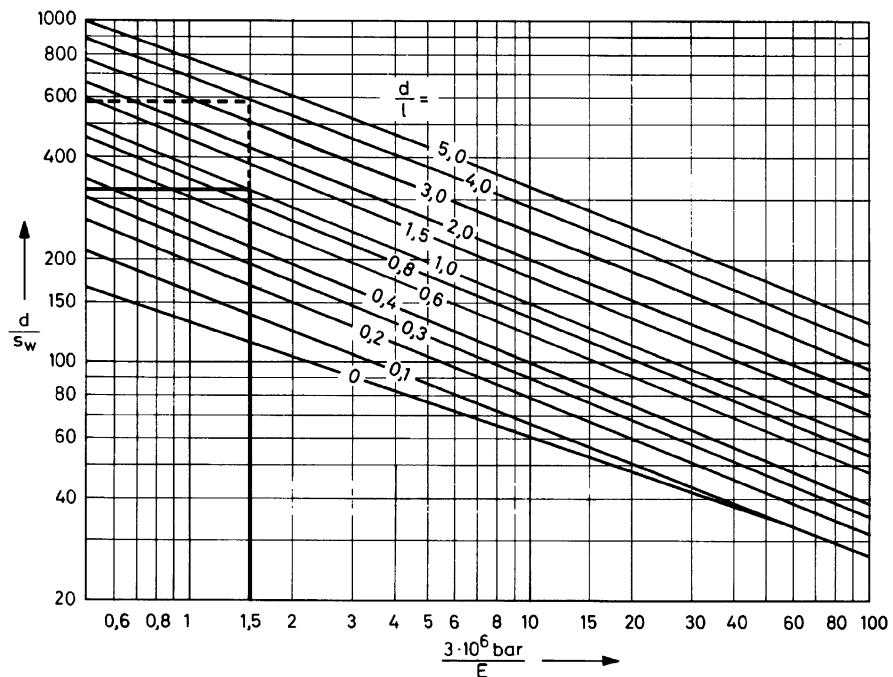
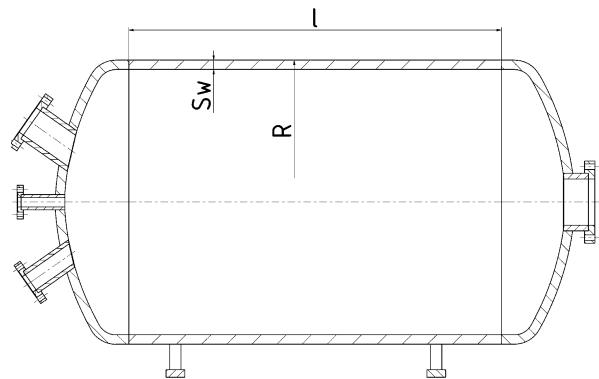


Abb. 10 Erforderliche Wandstärke s bei Berechnung gegen elastisches Einbeulen

R ($=d/2$) bezeichnet den Radius des Zylinders und s_w die Wanddicke des Behälters. Die Wanddicke s_w zylindrischer Körper kann aus Abb. 10 (Sicherheit gegen elastisches Einbeulen) und Abb. 11 (Sicherheit gegen plastische Verformung) ermittelt werden. Der größere Wert aus beiden Berechnungen bestimmt die erforderliche Wanddicke.

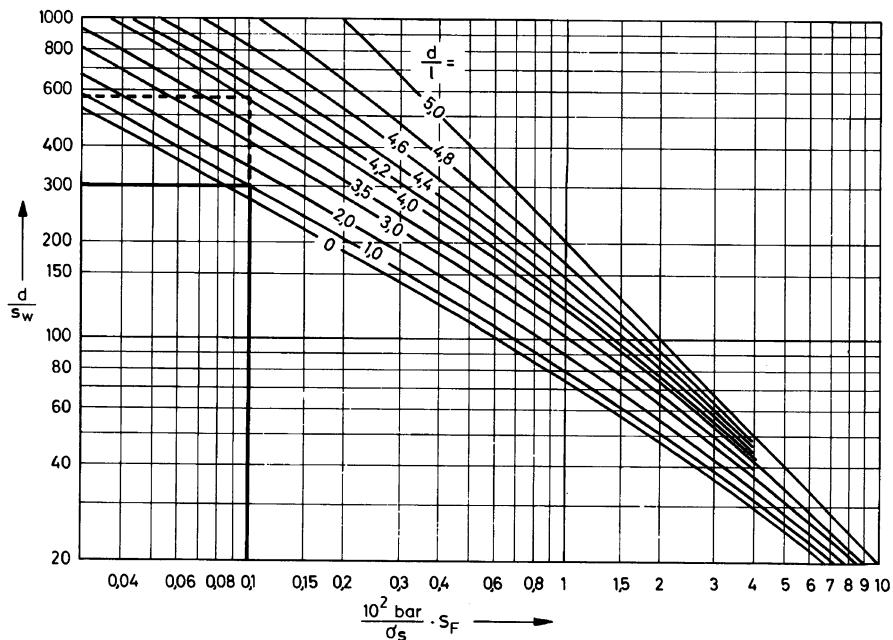


Abb. 11 Erforderliche Wandstärke s bei Berechnung gegen plastisches Einbeulen

Beispielrechnung für eine Zylinderkammer:

Durchmesser:	750 mm
Länge:	1000 mm
Material:	1.4301
Temperatur:	20 °C
E-Modul:	195.000 N/mm ²
Festigkeitskennwert bei 20 °C:	210 N/mm ²
Sicherheitsbeiwert S :	2 (Sicherheitsbeiwert bei Berechnungstemperatur)
Sicherheitsbeiwert S_k :	3 (in der Regel 3 bei Unrundheiten von 1,5 %)

Berechnung gegen elastisches Einbeulen (Abb. 10)

Aus Diagramm (erforderliche Wandstärke s bei Berechnung gegen elastisches Einbeulen) folgt:

$$\frac{p \cdot S_k}{E} \cdot 10^5 = \frac{\frac{0,1 \text{ N}}{\text{mm}^2} \cdot 3}{195.000 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}} \cdot 10^5 = 0,15$$

$$\frac{D_a}{l} = \frac{750 \text{ mm}}{1000 \text{ mm}} = 0,75$$

Das Diagramm (Abb. 10) zeigt bei 0,15 (x-Achse) und 0,8 (Kurve) ca. 7,25 (y-Achse).

Aus der Formel $\frac{Da}{(Sw - c1 - c2) \cdot 10^2}$ ergibt sich nach Umstellung
(bei $Sw = c1 + c2$ gleich der Wandstärke incl. aller Sicherheitswerte)
 $\frac{750 \text{ mm}}{(7,25) \cdot 10^2} = 1,03 \text{ mm}$

Die notwendige Wandstärke gegen elastisches Einbeulen beträgt also 1,03 mm.

Berechnung gegen plastisches Einbeulen Abb. 11)

Nun ist noch die erforderliche Wandstärke gegen das plastische Einbeulen zu berechnen:

$$\text{Aus dem Diagramm (Abb. 11) folgt } 10 \cdot \frac{p_s}{K} = 10 \cdot \frac{\text{mm}^2}{210 \text{ N/mm}^2} = 0,01$$

Im Diagramm ist der Wert 0,01 nicht ablesbar. Rechnet man mit dem Wert 0,03 weiter und setzt für

$$\frac{Da}{7} = \frac{750 \text{ mm}}{1000 \text{ mm}} = 1 \text{ ergibt sich der Wert 5,8. Aus der Gleichung } \frac{Da}{(Sw - c1 - c2) \cdot 10^2} = 5,8 \text{ folgt eine Wandstärke von 1,3 mm.}$$

Die im AD2000-Regelwerk [19] genannten minimalen Wandstärken bei Stahl von 3 mm und bei Aluminium von 5 mm beziehen sich auf Außendrücke über Normalsdruck.

Bei der Auslegung von Vakuumkammern sind neben den errechneten Wandstärken auch die verfügbaren Wandstärken bei Rohren und Halbkugeln zu berücksichtigen. Dabei ist es empfehlenswert, auf standardmäßige Halbzeuge zurückzugreifen, die über den berechneten Wandstärken liegen müssen.

3.2 Mechanische Durchführungen

Mechanische Durchführungen werden benötigt, um Bewegungen, die außerhalb einer Vakuumkammer erzeugt werden, in das Vakuum zu übertragen. Der luftseitige Antrieb kann dabei sowohl manuell, elektrisch oder auch pneumatisch erfolgen. Die Bewegung im Vakuum verlust- und verschleißarm (ohne oder mit ausgasarmen Schmiermitteln) sicherzustellen, ist eine ganz besondere Herausforderung. Bei der Durchführung kommt die Anforderung einer möglichst geringen Leckrate hinzu.

Eine mechanische Durchführung besteht grundsätzlich aus einem kraftübertragenden Element (Welle), einer Dichtung und einem Flansch. Mechanische Durchführungen werden nach ihrem Wirkprinzip in drei Gruppen eingeteilt, nämlich Durchführungen mit:

- dynamischen Dichtungen
- flexiblen Elementen
- magnetischer Kraftkopplung

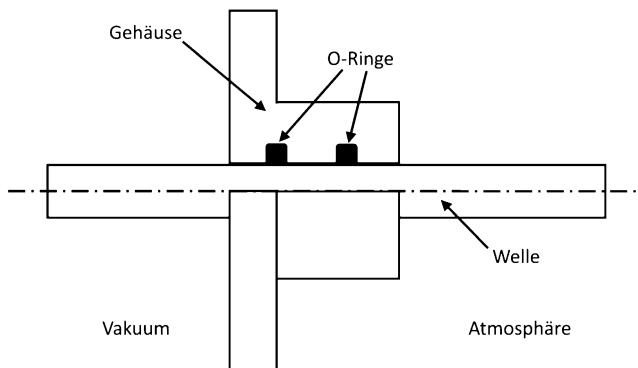
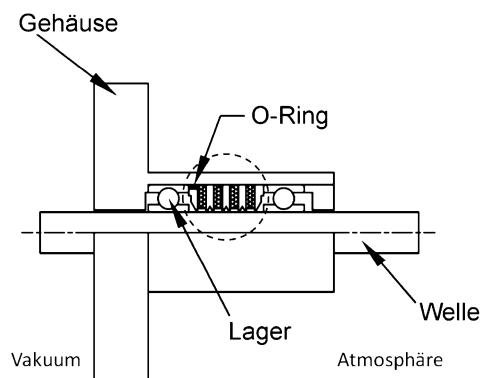


Abb. 12 O-Ring-gedichtete Dreh-Schiebedurchführung

Abb. 13 Magnetofluid-gedichtete Drehdurchführung



Die bekanntesten Beispiele dynamischer Dichtungen sind O-Ring-gedichtete (Abb. 12) und Magnetofluid-gedichtete (Abb. 13) Durchführungen, wobei letztere nur für Drehbewegungen verwendet werden. Das Charakteristische dieser Durchführungen ist, dass der Dichtungsbereich zwischen feststehendem und bewegtem Element immer eine dynamische Leckrate aufweist, die in der Regel größer als die statische Leckrate ist. O-Ring-gedichtete Durchführungen unterliegen einem kontinuierlichen Verschleiß der Dichtung.

Bei Durchführungen mit flexiblen Elementen werden vorzugsweise Membran- oder Wellbälge eingesetzt. Damit können sehr viele und auch präzise Bewegungsarten realisiert werden. Die Durchführungen zeichnen sich dadurch aus, dass sie keine dynamische Leckrate aufweisen. Die Lebensdauer wird durch die Dimensionierung und Beanspruchung des Balges bestimmt. (Abb. 14).

Auch Durchführungen mit magnetischer Kraftkopplung zeigen keine dynamische Leckrate, sind aber aufgrund der Streumagnetfelder und der begrenzt übertragbaren Kräfte bzw. Momente nicht für alle Anwendungen geeignet (Abb. 15).

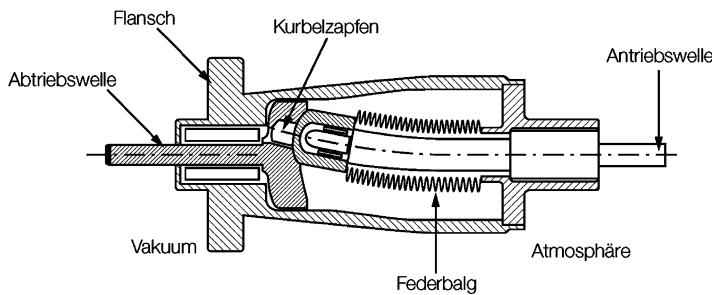


Abb. 14 Balg-gedichtete Drehdurchführung (sog. Katzen schwanz)

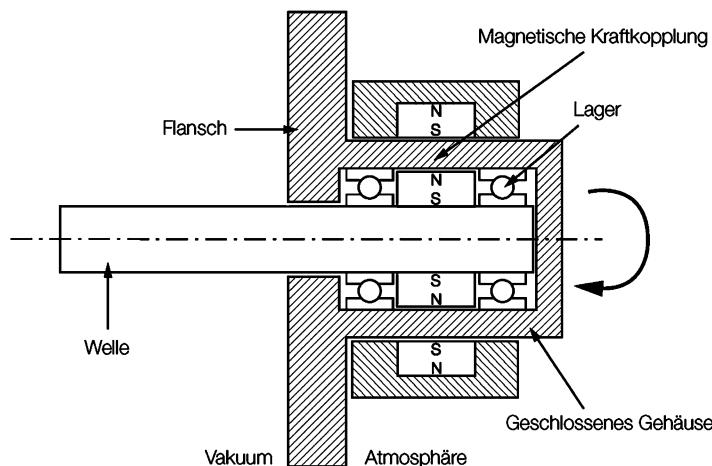


Abb. 15 Magnetische Kraftkopplung

Tab. 3 gibt eine Übersicht über Eigenschaften und Einsatzbereich von mechanischen Durchführungen.

Bei komplexen Bewegungen werden oft verschiedene mechanische Durchführungen gekoppelt (Abb. 16 und 17).

3.3 Ventile

Ventile sind Durchführungen für Gase, die je nach Bedarf den Gasfluss zwischen zwei Volumina zu-lassen, regeln, drosseln oder unterbrechen können. Sie befinden sich zwischen zwei oder mehreren Systemen mit unterschiedlichen Drücken. Leitwert, Leckrate, Zahl der garantierten Lastwechsel und medienberührende Materialien charakterisieren die Ventile in der Vakuumtechnik. Ein Ventil besteht aus einem

Tab. 3 Eigenschaften und Einsatzgebiete mechanischer Durchführungen

Dichtprinzip	Bewegungsart		Typ. Leckrate [Pa · l/s]	Druck- bereich	Vakuumberührende Werkstoffe	Ausgasverhalten	Partikelgenerierung
	Rotation	Translation					
O-Ring	X	X	$1 \cdot 10^{-7}$ statisch $1 \cdot 10^{-3}$ dynamisch	GV oberes HV	Aluminium, Edelstahl, Elastomere	Permeation Leck	O-Ring
Magnetofluid- dichtung	X		$5 \cdot 10^{-7}$	unteres HV	Edelstahl, Magnetofluid (Basis synthetisches Öl oder PFPE)	Volumen Dampfdruck synthetische Öle u. PFPE: 1E-8 Pa	Magnetofluid- dichtung
Membranbalg (Federbalg)	X	X	$< 1 \cdot 10^{-8}$	HV UHV XHV	Edelstahl	sehr gering	Membranbalg (Federbalg)
Magnetisch gekoppelte Kraftübertragung	X	X	$< 1 \cdot 10^{-8}$	HV UHV XHV	Edelstahl, MoS ₂ , PTFE, Sinterbronze, PEEK, Keramik	sehr gering	Magnetisch gekoppelte Kraftübertragung

Abb. 16 Membranbalg-gedichtete XYZ-Verstelleinheit

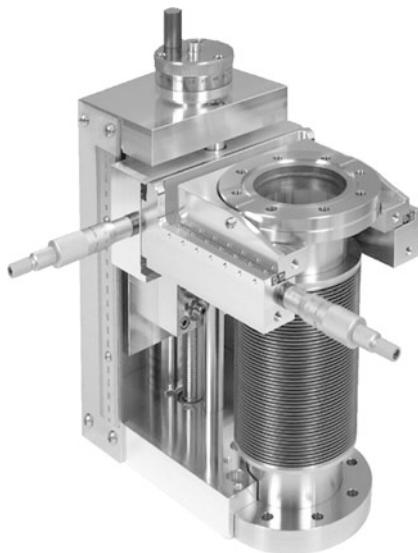
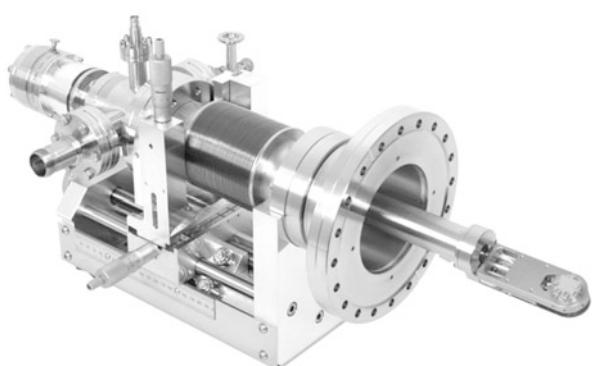


Abb. 17 5-achsiger Probenmanipulator mit integrierter Probenheizung und -kühlung



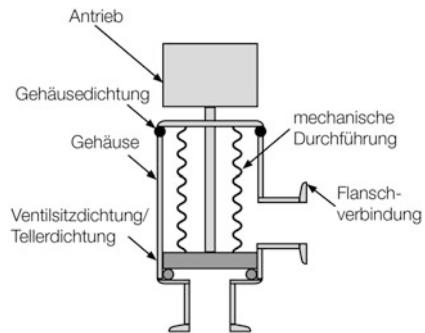
Ventilgehäuse, Ventildichtung, mechanischer Bewegungsdurchführung und externen Antrieb (mechanisch, elektrisch oder pneumatisch). Der grundsätzliche Aufbau eines Ventils ist in Abb. 18 dargestellt:

In der Vakuumtechnik kommen viele Ventilarten zum Einsatz.

In der Tab. 4 sind die gängigsten Ventile mit ihren wesentlichen Druckbereichen, Dichtprinzipien und Materialien dargestellt, die ihre Einsatzcharakteristik bestimmen.

Ventile können entweder zum Öffnen und Schließen oder auch zum Regeln eingesetzt werden. Der effektive Leitwert von Ventilen bestimmt Prozesse und Prozesszeiten entscheidend mit, weshalb dessen Kenntnis von großer Bedeutung ist [20]. Beim Einsatz eines Eckventils kann im Vergleich zum Einsatz eines Durchgangsventils vergleichbarer äußerer geometrischer Dimensionen das effektive Saugvermögen einer Pumpe um bis zu 50 % reduziert werden (Abb. 19 und 20).

Abb. 18 Schematischer Aufbau eines Eckventils



Um Verwirbelungen zu verhindern, ist es sinnvoll, dass der Leitwert langsam zunimmt. Das trifft sowohl auf das Belüften als auch das Anpumpen empfindlicher Systeme zu. Das Verhindern von Turbulenzen reduziert das Aufwirbeln von Partikeln und Stäuben oder das Zerstören bzw. die Dejustage von empfindlichen Komponenten. Durch das langsame Belüften bzw. Evakuieren kann auch einer unerwünschten Kondensation entgegengewirkt werden.

Ventile können manuell (Handrad, Hebel, Sechskant), elektrisch (elektromagnetisch NC/NO, schrittmotorgesteuert) oder elektropneumatisch (einfachwirkend NC/NO, doppelt wirkend) angesteuert werden. Dabei stehen die Abkürzungen „NC“ für normally closed (in Ruhelage geschlossen) und „NO“ für normally open (in Ruhelage offen).

Die Antriebsart wird bestimmt durch die max. Betriebstemperatur, die geforderte Automatisierung, die verwendete Steuerung und die Regelbarkeit des Druckes (Tab. 5).

Manuell betriebene Ventile kommen häufig an Laboranlagen zum Einsatz. Durch den manuellen Antrieb ist es möglich, Zwischenstellungen anzufahren und somit manuell einen Druck oder Gasdurchfluss einzustellen.

Ventile mit Pneumatikantrieb sind optimal für eine Teil- oder Vollautomatisierung. Es ist möglich, die Vakuumventile über eine Ventilinsel oder über ein separates Steuerventil anzusteuern. Hierbei ist darauf zu achten, dass es nur zwei Zustände gibt (offen/geschlossen). In einfachwirkenden pneumatischen und elektromagnetischen Antrieben werden die Ventile über eine Rückstellfeder im Antrieb in Ruhestellung gebracht. Je nach Aufbau wird somit das Ventil im drucklosen/stromlosen Zustand automatisch geschlossen (NC) oder geöffnet (NO). Doppeltwirkende Aktuatoren dagegen bestehen aus zwei Druckkammern. Für beide Bewegungen (auf oder zu) muss der Aktuator mit Druckluft beaufschlagt werden. Eine automatische Rückstellung ist somit bei diesem Antrieb nicht gegeben.

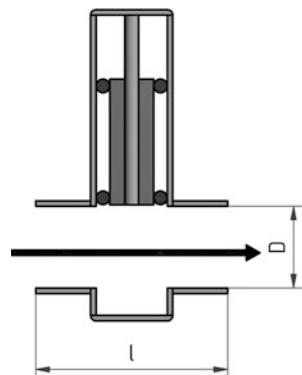
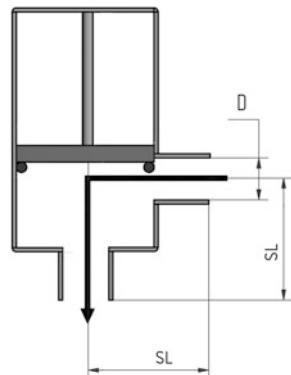
Elektromagnetische Ventile können zum einen in teil- oder voll automatisierten Steuerungen und an sicherheitsrelevanten Stellen zum Einsatz kommen. Der Ventilteller ist mit einem Anker verbunden, der durch eine Magnetspule bewegt werden kann. Durch eine Rückstellfeder am Anker wird der Ventilteller im stromlosen Zustand wieder an seine Ausgangsstellung bewegt. Damit ermöglichen diese Antriebe beispielsweise im Falle eines Stromausfalls eine Sicherheitsbelüftung oder das Abtrennen von Vorvakumsystemen.

Tab. 4 Ventiltypen mit Druckbereichen und typischen Einsatzmöglichkeiten

Ventiltyp/ Flanschversatz	Gehäusematerial	Dichtungen			Druckbereich	Max. Temperatur [°C]	Eigenschaften & Anwendungen
		Gehäuse	Ventilsitz	Beweglich			
Eckventil 90°	Edelstahl/Alu	Elastomer	• Wellbalg	HV	150	• auf, zu, Zwischenstellungen • Trennen/Verbinden zweier Systeme	
	Edelstahl	Metal	• Membranbalg • O-Ring-gedichtet/ Schiebedurchführung	UHV	200		
		Metal		UHV	450*		
In-Line-Ventil 180°	Edelstahl/Alu	Elastomer	• Wellbalg	HV	150	• auf, zu, Zwischenstellungen • Trennen/Verbinden zweier Systeme • kein freier optischer Durchgang	
	Edelstahl	Metal	• Membranbalg • O-Ring-gedichtet/ Schiebedurchführung	UHV	200		
		Metal		UHV	450*		
Schmetterlingsventil 180°	Edelstahl/Alu	Elastomer	• O-Ring-gedichtet/ Schiebedurchführung	HV	150	• auf, zu, Zwischenstellungen • Drosseln von Pumpen – Downstream-Regelung • geringer Platzbedarf	
Schieberventil 180°	Edelstahl/Alu	Elastomer	• Wellbalg	HV	150		
		Metal	• Membranbalg	UHV	200		
		Metal	• O-Ring-gedichtet/ Schiebedurchführung	UHV	450*		
Kugelhahn 180°/90°	Edelstahl/ Messing	Elastomer/PTFE	Kugeldichtung	GV	150	• auf, zu • Trennen/Verbinden zweier Systeme • 2-Wege, 3-Wege	

Nadelventil 180°/ 90°	Edelstahl/Alu	Elastomer Metall Elastomer Metall	Kegelförmige Nadel/ runde Öffnung	HV UHV	150 200	• Zwischenstellungen, auf Einleitung von Prozessgasen • Belüftung • nur kleine Nennweiten
Membranventile 180°/90°	Edelstahl/Alu	Elastomer	Membrandichtung	HV	120	• auf, zu, Zwischenstellungen • Trennen/Verbinden zweier Systeme • Gasdosierung • Kompakt
Massflow Controller 180°	Edelstahl	Elastomer Metall	• Membrandichtung • Nadelventil	HV	50	• auf, (zu), Zwischenstellungen • Upstream-Regelung • Einleiten von Prozessgasen
Dosierventil 90°	Edelstahl	Metall	Membrandichtung	HV UHV	200	• auf, zu, Zwischenstellungen • Einleiten von Prozessgasen • feiner Antrieb

* ohne Antrieb, Lagemelder und Steuerventile

Abb. 19 Durchgangsventil**Abb. 20** Eckventil**Tab. 5** Antriebsmöglichkeiten und Einsatzbedingungen für Ventile

Antriebsart	Mögliche Stellungen	Temperaturen [°C]	Automatisierung	Druckregelung
Manuell	beliebig	450	-	++
Pneumatisch	auf/zu	50–200	+	-
Elektropneumatisch	auf/zu	50	++	-
3-Positions-pneumatik	auf/zu eine Zwischenstellung	50–200	+	+
Elektromagnetisch	auf/zu	50	++	-
Schrittmotor	Zwischenstellungen begrenzt durch Schrittzahl	50	++	++

Schrittmotorsteuerungen werden an Dosier- oder Schieberventilen eingesetzt. Durch diesen elektrischen Antrieb kann das Ventil in kleinen Schritten betätigt werden und einen gewünschten Leitwert bzw. Durchfluss einstellen.

3.3.1 Druckregelung

Der Druck in einem Vakuumsystem resultiert aus dem Gleichgewicht zwischen dem einströmenden Gas und dem Saugvermögen der Pumpe. Vakuumventile können sowohl die Menge des einströmenden Gases als auch des ausströmenden Gases und damit den Gleichgewichtsdruck beeinflussen. Das geschieht in Kombination mit Pumpen und Sensoren.

Wird der Gaszufluss in die Kammer geregelt, sprechen wir von einer Vorschalt (Upstream)-Regelung, wird dagegen das Saugvermögen der Pumpe durch ein Ventil verändert, besteht eine Nachschalt(Downstream)-Regelung. Abhängig von Reaktionszeit und Empfindlichkeit finden unterschiedliche Systeme Einsatz. Bei diesen Regelungen sind Prozessgaszusammensetzung und Entmischungserscheinungen genauso zu betrachten wie das gasartabhängige Saugvermögen von Pumpen.

Eine Änderung des effektiven Saugvermögens durch Leitwertänderung zur Pumpe dient der eher groben Regelung. Für das Drosseln von Pumpen sind Schieberventile ideal, da in offener Stellung das Saugvermögen durch den hohen Leitwert kaum beeinflusst wird.

Bei der Vorschalt-Regelung wird der Gaseinlass des Systems bei konstantem Saugvermögen geändert. Je nach Größe des Systems, Druckbereich und Saugvermögen werden hier Nadelventile verwendet, d. h. Ventile mit kleinen variablen Blendenöffnungen bzw. Leitwerten, aber auch mit Kapillaren.

Dosierventile sind durch ihren feinen Antrieb und geringen Leitwert für sehr empfindliche Anwendungen geeignet. Bei extrem hohen Genauigkeiten und einer stabilen Prozessgaszusammensetzung reicht die Regelung über Ventile nicht mehr aus. Dafür kommen Massflow Controller (MFC) zum Einsatz. Über ein thermisches Messverfahren wird der Massedurchfluss des Gases direkt im Gerät gemessen. Es ist zu beachten, dass die MFCs meist nicht vollständig schließen können und somit ein zusätzliches Schließventil erforderlich ist.

4 Elektrische Durchführungen

Elektrische Durchführungen dienen dem Transfer von elektrischer Energie in das Vakuum hinein oder aus diesem heraus.

Sie bestehen aus einem oder mehreren stromführenden Leitern, einem Dielektrikum und einem Metallgehäuse. Diese Komponenten müssen untereinander hermetisch dicht gefügt sein, sodass eine für die jeweilige Anwendung hinreichend niedrige Leckrate gewährleistet ist.

Eine elektrische Durchführung wird an ihrem Metallgehäuse durch eine Schweißverbindung, manchmal jedoch auch mittels Schottverschraubung oder Einschraubgewinde, mit einem Vakuumflansch oder der Vakuummutterwand hermetisch dicht verbunden. Das Dielektrikum dient als elektrische Isolation der Kontakte von der idealerweise geerdeten Vakuummutter (Abb. 21).

Bei der Auswahl einer passenden elektrischen Durchführung ist das Paschen-Gesetz zu beachten (Abb. 22). Es beschreibt die Abhängigkeit der Durchbruch-

Abb. 21 Querschnitt einer BNC-Koaxialdurchführung mit Al_2O_3 -Isolation und KF25 Flansch

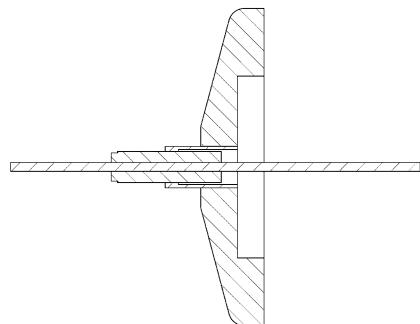
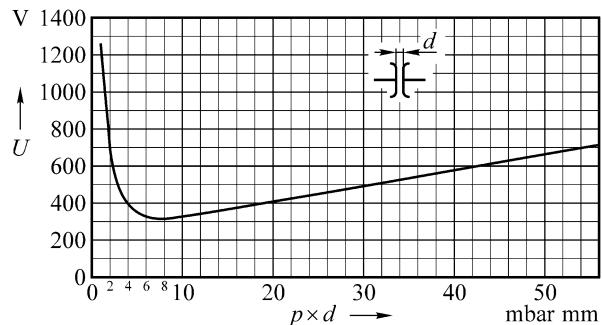


Abb. 22 Durchbruchsspannung (Zündspannung) U zwischen zwei parallelen Platten im homogenen elektrischen Feld in Abhängigkeit vom Produkt $p \times d$ (Gasdruck \times Plattenabstand) für Luft (Paschen-Kurve)



spannung in einer Gasatmosphäre in Abhängigkeit von der Gasart, dem Druck und dem Elektrodenabstand. Bei einem durchführungstypischen Leiterabstand in der Größenordnung 1 mm zeigt sich für Luft im Druckbereich zwischen 100 Pa und 1000 Pa ein Minimum der Durchbruchsspannung, sodass hier ein Spannungsdurchschlag bereits bei wenigen hundert Volt eintreten kann. Zu höheren Drücken steigt die Durchbruchsspannung wieder linear, zu tieferen Drücken sogar exponentiell an. Die von Herstellern angegebene maximale Spannungsbelastung einer elektrischen Durchführung gilt meist nur für einen Restgasdruck von $p < 1 \cdot 10^{-2}$ Pa.

4.1 Isolierwerkstoffe

In der Vakuumtechnik werden üblicherweise vier Gruppen von Isolationswerkstoffen eingesetzt. Tab. 6 gibt eine Übersicht über diese Werkstoffe und deren Eignung für unterschiedliche Einsatzbedingungen.

4.2 Elektrische Durchführungen mit Aluminiumoxidkeramik

Bei sehr hohen Anforderungen an Isolationswiderstand, Ausgasverhalten, Hermetizität sowie Ausheizbarkeit hat sich in erster Linie Aluminiumoxidkeramik ($> 94\%$ Al_2O_3) als Dielektrikum bewährt.

Tab. 6 Isolierwerkstoffe in der Vakuumtechnik

	Al ₂ O ₃	Glas	Glaskeramik	Kunststoff-Verguss
Spezifischer elektrischer Widerstand @ 20 °C [Ω · cm]	> 10 ¹⁴	> 10 ¹⁴	> 10 ¹⁴	> 10 ¹⁴
Spezifischer elektrischer Widerstand @ 250 °C [Ω · cm]	> 10 ¹²	10 ⁹ bis 10 ¹¹	10 ⁹ bis 10 ¹¹	-
Max. Ausheiztemperatur [°C]	350–450	200–250	350–450	80–150
Typische Leckrate [Pa · l/s]	< 1 · 10 ⁻⁷	< 1 · 10 ⁻⁷	< 1 · 10 ⁻⁷	10 ⁻⁵ bis 10 ⁻⁷
Ausgasverhalten	sehr gut	sehr gut	sehr gut	schlecht bis mäßig

Viele der üblicherweise für Gehäuse und Leiter verwendeten Metalle – beispielsweise Edelstahl und Kupfer – zeigen gegenüber Aluminiumoxidkeramik ein stark abweichendes thermisches Ausdehnungsverhalten. Um die dadurch bei hohen oder tiefen Temperaturen auftretenden mechanischen Spannungen zu minimieren und etwaige Beschädigungen zu vermeiden, werden zusätzliche Metallhülsen als „Spannungspuffer“ benötigt, deren thermischer Ausdehnungskoeffizient an den der Keramik angepasst ist. Die einzelnen Komponenten werden in einem aufwändigen, mehrstufigen Fügeprozess stoffschlüssig verbunden (Hochtemperaturlöten).

Elektrische Durchführungen mit Keramikisolation sind bis mindestens 350 °C, manche sogar bis 450 °C ausheizbar und können mit einer adäquaten Reinigung Gesamtausgasraten < 1 · 10⁻⁸ Pa · l/(s · cm²) erreichen, wodurch ihr Einsatzbereich bis ins tiefe UHV geht.

Der spezifische elektrische Widerstand von Aluminiumoxidkeramik nimmt bis 300 °C nur um zwei Dekaden ab, sodass elektrische Durchführungen mit Keramikisolation sowohl unter Temperaturbelastung einsetzbar als auch zum Transfer hoher Leistung geeignet sind (> 10¹⁴ Ω cm bei 25 °C, > 10¹² Ω cm bei 300 °C, > 10⁸ Ω cm bei 600 °C) [21, 22]. Für kryogene Anwendungen ist Aluminiumoxidkeramik als Isolationswerkstoff unter Beachtung der maximalen Abkühlgeschwindigkeit ebenfalls gut geeignet.

Da sich Keramik in unterschiedlichste Formen bringen lässt, kann die Bauart einer elektrischen Durchführung mit Keramikisolation nahezu jeder Anwendung entsprechend angepasst werden und ist dadurch besser als andere Isolationswerkstoffe für Hochspannung geeignet (Abb. 23).

4.3 Elektrische Durchführungen mit Glas oder Glaskeramik

Bei Verwendung von Glas oder Glaskeramik als Dielektrikum erfolgt die Dichtung in der Regel nicht stoffschlüssig, sondern beruht lediglich auf mechanischer Ver- spannung (Kompression). Dazu bedarf es einer sorgfältigen Auswahl von Werkstoffen mit angepassten thermischen Ausdehnungskoeffizienten, was die infrage kom-

Abb. 23 HV-Durchführung mit wellenförmiger Keramik



menden Gehäuse- und Leiterwerkstoffe einschränkt. Mit Glas oder Glaskeramik als Dielektrikum werden sehr gute Werte hinsichtlich Isolationswiderstand ($< 250 \text{ }^{\circ}\text{C}$), Hermetizität und Ausgasung erreicht.

Elektrische Durchführungen mit Glas/Glaskeramik-Isolation sind bis mindestens $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ausheizbar, mit manchen Sonderwerkstoffen sogar bis $450 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Auch mit Glas/Glaskeramik-isolierten elektrischen Durchführungen lassen sich Gesamttausgasraten $< 1 \cdot 10^{-8} \text{ Pa}\cdot\text{l}/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$ erreichen, sodass sie ebenfalls bis ins tiefe UHV einsetzbar sind. Anders als bei Aluminiumoxidkeramik nimmt jedoch der spezifische Widerstand mit steigender Temperatur schnell um einige Größenordnungen ab ($> 10^{14} \Omega \text{ cm}$ bei $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$, zwischen $10^9\text{--}10^{11} \Omega\cdot\text{cm}$ bei $250 \text{ }^{\circ}\text{C}$, zwischen $10^7\text{--}10^9 \Omega \text{ cm}$ bei $350 \text{ }^{\circ}\text{C}$ [23]). Daher können elektrische Durchführungen mit Glas/Glaskeramik zwar hinreichend gut ausgeheizt werden, sollten allerdings im Betrieb nicht über $150\text{--}200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ erhitzt werden und nur moderate Leistung transferieren. Für kryogene Anwendungen sind Glas oder Glaskeramiken als Isolationswerkstoff unter Beachtung der maximalen Abkühlgeschwindigkeit ebenfalls gut geeignet.

Vorteile bieten Glas und Glaskeramik wegen ihrer weniger aufwändigen Fügeverfahren mit Metallen, insbesondere bei elektrischen Durchführungen mit hoher Leiterbahndichte wie den wohl am bekanntesten Sub-D-Durchführungen (Abb. 24) oder ähnlichen Mehrfachdurchführungen (Abb. 25 und 26).

4.4 Elektrische Durchführungen

Eine günstige Alternative für geringere Anforderungen, beispielsweise für Grob- oder Feinvakumanwendungen, können elektrische Durchführungen sein, die eine aushärtbare Vergussmasse, häufig ein Epoxydharz, als Dielektrikum nutzen.

Gängige Vergussmassen zeigen gegenüber Keramik-, Glas- und Glaskeramik-Isolierkörpern jedoch Nachteile im Ausgasverhalten, bei der Hermetizität und der maximalen Einsatz- und Ausheiztemperatur. Auch Degenerationsprozesse können über Zeiträume von Monaten oder Jahren negative Auswirkungen auf die Funktionsweise haben [24].

Abb. 24 Sub-D-Durchführungen in CF-Flansch



Abb. 25 Mehrfachdurchführung mit Glaskeramikisolation



4.5 Elektrische Parameter und ihr Einfluss auf die Bauart von Durchführungen

Je nach Anwendung stehen andere elektrische Parameter beim Transfer elektrischer Energie im Mittelpunkt. Hieraus ergeben sich unterschiedliche Anforderungen an die Durchführung, die Auswirkungen auf die Bauart haben.

Stromstärke Im Wesentlichen hängt die Strombelastbarkeit vom Leitermaterial und -durchmesser ab. Die gängigsten Leitermaterialien sind Kupfer, Nickel, Edelstahl,

Abb. 26 Resonanter Strahllagemonitor mit elektrischer Durchführung



Abb. 27 Hochstromdurchführung für den Transfer von Stromstärke



Molybdän und einige spezielle Nickellegierungen (Abb. 27). Die angegebene Obergrenze für die Strombelastung einer elektrischen Durchführung bezieht sich auf eine bestimmte, vom Hersteller definierte, höchstens zulässige Erwärmung. Bei sehr hohen Stromstärken werden manchmal auch Hohlleiter für Flüssigkeitskühlung verwendet.

Sollen dagegen sehr geringe elektrische Ströme detektiert werden, empfiehlt sich die Verwendung von Koaxialdurchführungen (10^{-9} A bis 10^{-12} A) und Triaxialdurchführungen (Vermeidung interner Fehlerströme bis in den Sub-Pikoampère-Bereich, Abb. 28), da diese durch ihre Bauart eine Abschirmung gegen elektromagnetische Störreinflüsse bieten.

Spannung Die Spannungsfestigkeit einer Durchführung wird durch den Abstand der potenzialführenden Teile, den Potenzialunterschied, den spezifischen elektrischen Widerstand des Dielektrikums, die „Kriechströme“ entlang der Oberfläche des Dielektrikums sowie durch Gasdruck und -zusammensetzung vakuumseitig bestimmt.

Abb. 28 Triaxial-Durchführung zur Messung sehr geringer Stromstärken



Die Durchbruchspannung ist – bezogen auf einen Durchschlag durch das Dielektrikum hindurch – durch den Werkstoff und die Temperatur des Dielektrikums bestimmt. Bei Spannungs durchschlägen infolge von Kriechströmen entlang der Oberfläche hängt die Durchbruchspannung in erster Linie von der Kriechweglänge zwischen den Elektroden ab. Dieser lässt sich verlängern, indem das Dielektrikum beispielsweise in Wellenform oder mit Riefen ausgeführt wird (Abb. 23). Zudem spielen das Vorhandensein ionisierbaren Materials und damit die Oberflächenreinheit des Dielektrikums eine große Rolle. Die Oberfläche sollte möglichst glatt, somit gut zu reinigen, und möglichst sauber sein. Eine Besonderheit stellt der Transfer der sogenannten Thermospannung dar, mit der, basierend auf dem Seebeck-Effekt, die lokale Temperaturbestimmung im Vakuum erfolgt. Thermoelementdurchführungen (Abb. 34), die aus zwei unterschiedlichen Leitermaterialien bestehen, erlauben sowohl luft- als auch vakuumseitig eine direkte Anbindung von standardisierten Messleitungen für Temperaturmessungen, die in Industrie und Forschung weit verbreitet sind. Thermoelementdurchführungen stellen einen unverfälschten Transfer des Messsignals durch die Kammerwand sicher.

Frequenz Soll mit Wechselspannungssignalen („AC“) gearbeitet werden, empfiehlt sich die Nutzung von Koaxialdurchführungen, im Frequenzbereich MHz bis GHz insbesondere mit 50-Ohm-Impedanzanpassung. Die koaxiale Bauart beinhaltet mit dem Außenleiter bzw. „Schirm“ eine Abschirmung des stromführenden Innenleiters gegen externe elektromagnetische Störeinflüsse. Die 50-Ohm-Impedanzanpassung gewährleistet eine reflexions- und dämpfungsarme Anbindung der Durchführung an den 50-Ohm-Kabelstandard, sodass sensible AC-Signale weitgehend unverfälscht durch eine Kammerwand transferiert werden können. Die meisten Koaxialdurchführungen nutzen Glas/Glaskeramik als Dielektrikum aufgrund der niedrigen Dielektrizitätskonstante.

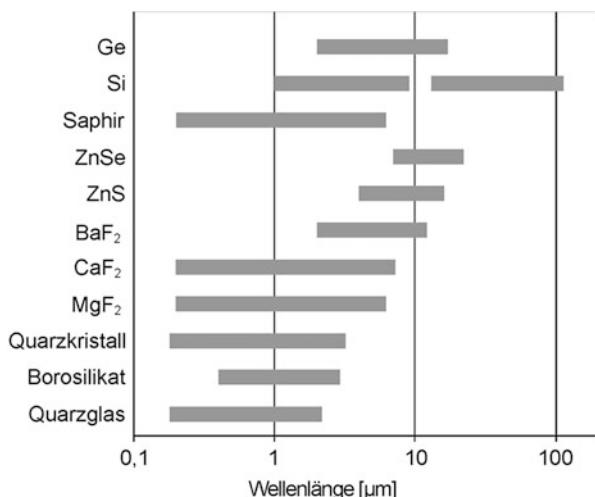
5 Optische Durchführungen [25]

Elektromagnetischer Strahlung, vom infraroten (IR) über den sichtbaren (VIS) bis zum ultravioletten und extrem ultravioletten Bereich (UV/EUV), kommt im Vakuum eine immer bedeutendere Rolle zu. Mit optischen Durchführungen (Schaugläser Abb. 29 und optische Faserdurchführungen (OFD) Abb. 30) wird der Transfer elektromagnetischer Strahlung von Atmosphäre in das Vakuum und umgekehrt in unterschiedlichen optischen Qualitäten realisiert. In der Praxis geht es sowohl um

Abb. 29 Schauglas in CF-Flansch



Abb. 30 Transmissionsbereiche gängiger optischer Werkstoffe



Prozesse, die durch elektromagnetische Strahlung induziert werden, als auch um Prozesse, bei denen elektromagnetische Strahlung entsteht. Darüber hinaus ist die Detektion elektromagnetischer Strahlung ein wichtiges Mittel zur Prozessbeobachtung und -steuerung.

Eine optische Durchführung besteht grundsätzlich aus dem optischen Material (Fenster oder Faser) und einem Rahmen, der in der Regel metallisch ist. Diese Materialien mit sehr unterschiedlichen Werkstoffeigenschaften (z. B. thermischer Ausdehnungskoeffizient) müssen mit geeigneten Verbindungsmaterialien hermetisch zusammengefügt werden. Die optischen Materialien verfügen über die Eigenschaften, die notwendig sind, um die elektromagnetische Strahlung möglichst ungestört und in der geforderten optischen Qualität in eine Vakuumkammer hinein- oder aus einer Vakuumkammer herauszuleiten. Hierbei sind Werte für Dämpfung, Absorption, Streuung, Planparallelität u. a. definiert. Im Fügeprozess können die definierten optischen Eigenschaften in ihrer Qualität verändert werden.

5.1 Schaugläser

Die technische Charakterisierung eines Schauglasses (Abb. 29) erfolgt in der Regel nach dem Verwendungszweck. Schaugläser, die der reinen visuellen Beobachtung dienen, werden mit der Art des optischen Materials (normalerweise Borosilikatglas), dem Sichtdurchmesser, der Heliumleckrate und der Einsatztemperatur/Heizrate spezifiziert.

Bei Schaugläsern, die höheren optischen Anforderungen genügen müssen, werden darüber hinaus die Eigenschaften und Qualität des optischen Materials spezifiziert. Übliche Parameter sind:

- Transmissionsbereich (Abb. 30)
- Brechzahl
- Oberflächenebenheit
- Oberflächendefekte
- Parallelität

Diese Parameter beschreiben unter anderem Effekte wie Reflexion, Absorption, Streuung und Abbildungsfehler.

Schaugläser für optische Anwendungen werden häufig mit einer Beschichtung versehen, um die Reflexion oder die Transmission entsprechend der Verwendung zu optimieren. Bei beschichteten Schaugläsern ist neben dem Sichtdurchmesser auch der beschichtete Durchmesser von Bedeutung. Der Transmissionsbereich wichtiger optischer Materialien ist in Abb. 30 dargestellt.

Im Normalfall besteht ein Schauglas aus drei Komponenten: Flansch (Installieren des Schauglasses an der Kammer), optisches Material (Transfer der Strahlung) und Verbindungselement. Die Verbindung zwischen dem optischen Werkstoff und dem Flansch muss vakuumtechnisch dicht, mechanisch stabil (Druckdifferenz > 1 bar) und ausgas-

Tab. 7 Thermische Ausdehnungskoeffizienten von Metallen und optischen Werkstoffen

Flansch Werkstoff	Thermischer Ausdehnungskoeffizient [$\mu\text{m}/(\text{m K})$]	Optischer Werkstoff	Thermischer Ausdehnungskoeffizient [$\mu\text{m}/(\text{m K})$]	Schweißring Werkstoff	Thermischer Ausdehnungskoeffizient [$\mu\text{m}/(\text{m K})$]
Edelstahl 1.4301	16–18 [27]	Borosilikat	7,1 [30]	Kovar	4,9–6,2 [31]
Edelstahl 1.4305	16–18 [28]	Quarzglas	0,55 [30]	Indium	32,1 [32]
Edelstahl 1.4404	16–18 [29]	Saphir	5,0–5,6–7 [30]	Titan	8,6 [32]
		Kalziumfluorid	18,85 [30]		

arm sein. Darüber hinaus muss sie dem Ausgleich der mechanischen Spannungen, beispielsweise durch thermische Ausdehnung, dienen (Tab. 6). Sie kann

- elastomergedichtet,
- geklebt,
- gelötet oder
- eingeschmolzen sein.

Um diese Verbindungsstelle nicht zu überbeanspruchen, empfiehlt sich die Verwendung weicher Dichtungen (z. B. geglähter Kupferdichtungen) zum Anflanschen der Schaugläser. Bei der Konstruktion von Schaugläsern muss darauf geachtet werden, dass das optische Material sicher der mechanischen Belastung von 1 bar standhält. Für eine gleichmäßig belastete Kreisplatte mit eingespanntem Rand gilt:

$$\sigma = 0,48 \Delta p r^2 / d^2$$

Dabei ist σ die mechanische Spannung, die das Bruchmodul nicht überschreiten darf, Δp die Druckdifferenz, r der Radius der eingespannten Platte (circa der Sichtdurchmesser) und d die Schauglasdicke [26] (Tab. 7).

5.2 Optische Faserdurchführungen (OFD)

Optische Signale können auch durch Lichtwellenleiter (auch optische Faser genannt) in eine Vakuumkammer transportiert werden. Sowohl monochromatisches als auch polychromatisches Licht können punktgenau und flexibel geführt werden.

Eine optische Faserdurchführung (OFG) für Vakuumanwendungen (Abb. 31) muss neben den Standardansprüchen der Vakuumtechnik auch den optischen Anforderungen genügen, weshalb die Durchführungen zusätzlich mit einer Einfügedämpfung, einer Reflexionsdämpfung und der intrinsischen Dämpfung pro Faserlänge gekennzeichnet werden. Die Art der Faser kann mit dem Kern- oder Modenfelddurchmesser und der numerischen Apertur gekennzeichnet werden. Die Faserart muss in der Durchführung und im Anschlusskabel übereinstimmen, damit größere Verluste verhindert werden.

Abb. 31 Optische Faserdurchführungen im CF-Flansch



Abb. 32 Komplette OFD



Eine Faser kann in kompletter Länge in einen Flansch gefügt werden, was jedoch aufgrund der hohen Bruchanfälligkeit von ungeschützten Fasern für einen störungsfreien Betrieb problematisch ist. Durchführungen mit Steckverbindern (Abb. 32 und 33) zeichnen sich durch eine hohe Flexibilität und Betriebssicherheit aus. Hier werden neben der optischen Faserdurchführung sowohl luftseitig als auch vakuumseitig geschützte Fasern als Kabel verwendet. Vakuumseitig werden je nach Applikation hohe Anforderungen an die Ausgasarmut des Schutzmantels der Faser gestellt. Die Gesamtbilanz der Dämpfung wird sowohl von der Steckerart als auch der Qualität der Stecker bestimmt.

Übliche Steckerstandards sind:

- FSMA-Stecker (für Multimodefasern bevorzugt)
- FC-Stecker (für Singlemodefasern bevorzugt)

Diese Stecksysteme zeichnen sich einerseits durch eine hohe Robustheit aus und sind andererseits auch in vollständiger Metallversion verfügbar. FC-Stecker sind darü-

Abb. 33 Flansch mit OFD und Kabel (rechts vakuumseitig)



ber hinaus ausgesprochen präzise und dämpfungsarm. Weniger verbreitet, aber für vakuumtechnische Anwendungen verfügbar, sind Stecker nach dem ST-Standard.

6 Wärmezu- und -ableitung

Thermische Effekte spielen bei Prozessen im Vakuum eine entscheidende Rolle und stellen die Anwender aufgrund des druckabhängigen Wärmetransportes im Vakuum vor Herausforderungen. Für die Prozesssicherheit und -stabilität ist es erforderlich, die Temperatur am prozessrelevanten Ort genau zu kennen. Im folgenden Abschn. 6.1 werden die Möglichkeiten der Temperaturmessung näher beleuchtet.

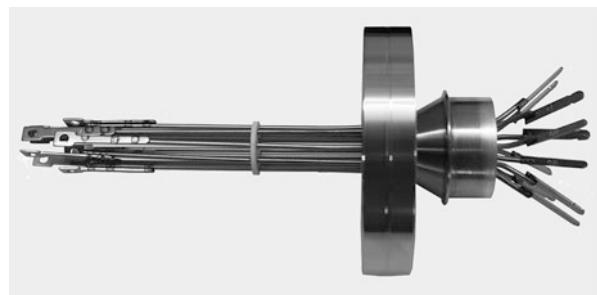
In vielen Prozessen im Vakuum werden thermische Effekte entweder benötigt oder sie stören. Soll der Wärmeverlust am prozessrelevanten Ort minimiert werden, wirkt sich die thermische Isolierfähigkeit des Vakuums positiv aus. Muss die Prozesswärme ab- oder zugeführt werden, so sollte das direkt am Ort des Entstehens geschehen. Wird die integrale Methode über die Wände der Behälter genutzt, ist aufgrund der thermischen Isolierung durch das Vakuum mit sehr zeitintensiven Prozessen zu rechnen. Darüber hinaus ist die Wärmeleitfähigkeit des Kammermaterials von entscheidender Bedeutung (Abschn. 6.2).

Vakuumssysteme bzw. Bauteile, die im Vakuum eingesetzt werden, werden durch Ausheizprozesse konditioniert, um möglichst niedrige Drücke zu erzielen. Welche Komponenten hier eingesetzt werden, ist Gegenstand des Abschn. 6.3.

6.1 Temperaturmessung im Vakuum

Temperaturen im Vakuum werden vorzugsweise mittels Thermoelement oder Pyrometer gemessen. Bei der Auswahl der Leitermaterialien für den entsprechenden Temperaturbereich ist darauf zu achten, dass sich die Thermospannung nahezu linear verändert. Sowohl elektrische als auch thermische Isolation haben einen Einfluss auf die Messgenauigkeit und Reproduzierbarkeit.

Abb. 34 Thermoelementdurchführung



Um die Thermospannung von der Messstelle im Vakuum nach außen zu transportieren, wird eine entsprechende Thermoelementdurchführung (Abb. 34) für den verwendeten Typ benötigt. Hier werden die entsprechenden Leiter an den passenden Schenkeln angeschlossen, außen genügt dann sogar eine einfache Ausgleichsleitung um die Spannung im Messgerät zu ermitteln. Für die Vakuumtauglichkeit der Durchführung gelten analoge Bedingungen (Abschn. 4).

6.2 Prozesswärme zuführen und abführen

Prozesswärme wird im Vakuum idealerweise immer direkt zum Ort des Bedarfes zu- oder direkt vom Ort der Entstehung abgeführt. Sollen Materialien geheizt werden, so empfiehlt es sich, ausgasarme Heizelemente, die über elektrische Durchführungen versorgt werden, möglichst in direkten wärmeleitenden Kontakt mit dem zu heizenden Material zu bringen. Solche Heizelemente können z. B. aus Edelstahl, reinem Kohlenstoff oder Wolfram bestehen.

Sollen Materialien gekühlt werden, werden geeignete Kühlflüssigkeiten über Rohrleitungen an den Entstehungsort geführt. Die abzuführende Wärmemenge wird durch die Durchströmgeschwindigkeit, die Wärmekapazität der Kühlflüssigkeit und das Rohrmaterial bestimmt. Am Ort des Wärmeaustausches sind Kupferleitungen gegenüber Edelstahlleitungen aufgrund der höheren thermischen Leitfähigkeit zu bevorzugen. Die dafür erforderlichen Flüssigkeitsdurchführungen bestehen allerdings üblicherweise aus Edelstahlrohren. Während bei Kühlmitteltemperaturen $>0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ein einfaches Rohr im Flansch ausreicht (Abb. 35), werden bei Kühlmitteltemperaturen $<0\text{ }^{\circ}\text{C}$ Vereisungseffekte in der Nähe der Flanschdichtung durch Nutzung des Prozessvakums als Isoliervakuum vermieden (Abb. 36).

Eine weitere Möglichkeit zur Materialkühlung ist der Einsatz von Peltierelementen [33]. Damit wird eine höhere Regelgenauigkeit erreicht, wobei aber die Abfuhr der Wärmemenge begrenzt ist.

Bei der Auswahl des Kammermaterials ist darauf zu achten, welche thermischen Stabilitäten im Prozessraum erforderlich sind. Danach richtet sich, ob gute thermische Leiter wie z. B. Aluminium und Kupfer oder schlechte thermische Leiter wie z. B. Edelstahl oder Glas einzusetzt werden.

Die integrale Prozesswärmezufuhr über die Kammerwand ist aufgrund der Isolierwirkung des Vakuums uneffektiv und zeitaufwendig, an manchen Stellen

Abb. 35 CF-
Flüssigkeitsdurchführung

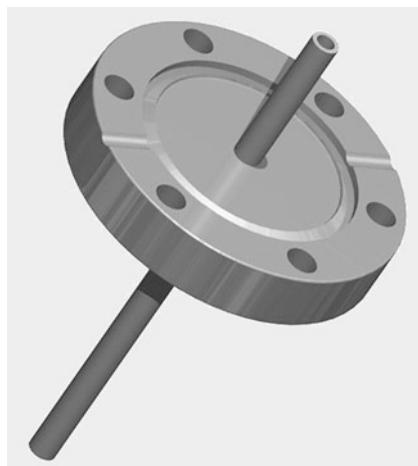
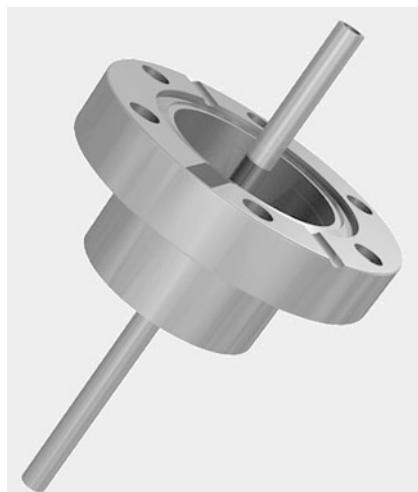


Abb. 36 CF-
Flüssigkeitsdurchführung mit
Isolervakuum für
Flüssigstickstoff



jedoch unumgänglich. Hier kommen entweder doppelwandige Kammern oder aufgeschweißte oder aufgelötete Kanäle zum Einsatz (Abschn. 3.1.2). Bei doppelwandigen Kammern wird durch einen gerichteten Fluss der Kühlflüssigkeit und die Verhinderung von Verwirbelungen ein effizienter Wärmetransport erreicht.

6.3 Konditionierung von Vakuumanlagen und Schutz vor Ablagerungen

Das Ausgasverhalten von Materialien wird durch das Material selbst, den Herstellungsprozess und nicht zuletzt durch die thermische Behandlung beeinflusst. Um

möglichst schnell niedrige Drücke und kurze Abpumpzeiten zu erreichen, ist es in der Vakuumtechnik üblich, Kammern und Leitungen unter Vakuum zu konditionieren, indem sie ausgeheizt werden.

Das Heizen von Kammerwänden und Leitungen ist auch erforderlich, um Prozessablagerungen aufgrund einer Wärmesenke zu verhindern. Für das Heizen von Kammern und Rohren haben sich folgende Methoden bewährt:

- Heizbänder (Abb. 37)
- Heizzelte und -boxen (Abb. 38)
- Heizmanschetten (Abb. 39)

Heizbänder (Abb. 37) sind flexibel für unterschiedliche Geometrien einsetzbar. Die Nennleistungen liegen üblicherweise zwischen 20 W/m und 250 W/m und sie sind je nach Ausführung bis zu 900 °C geeignet. Dabei ist zu beachten, dass sich Heizbänder selbst über Zersetzungstemperatur erhitzen können, wenn sie nicht geregelt sind. Zum sicheren und störungsfreien Betrieb von Heizbändern darf der minimale Biegeradius nicht unterschritten werden, zugleich sind der richtige Verlegeabstand und die thermische Isolation zur Luftseite hin sicherzustellen. Durch den Einsatz verschiedener Heizbänder lassen sich gezielt verschiedene Temperaturbereiche erzeugen und temperaturempfindliche Komponenten aussparen.

Heizzelte und -boxen (Abb. 38) verfügen über innenliegende Heizflächen mit guter Isolierung nach außen und erzeugen um Kammern und Anlagen eine gleichmäßige Temperatur, deren homogene Verteilung durch innen liegende Ventilatoren unterstützt werden kann. Sie ermöglichen keine gezielten Temperaturunterschiede in verschiedenen Bereichen und erfordern die Temperaturbeständigkeit aller einbezogenen Komponenten.

Heizmanschetten (Abb. 39 und 40) sind für Kammern und Bauteile maßgeschneiderte Heizvorrichtungen, die direkt an der Oberfläche heizen und nach außen thermisch gut isoliert sind. Sie lassen sowohl unterschiedliche Heizzonen als auch das Aussparen temperaturempfindlicher Komponenten zu. Typische Materialien, die hier zum Einsatz kommen, sind z. B. Glasseide, Silikon, PTFE sowie alukaschiertes oder silikonbeschichtetes Material. Für die Anwendung im Reinraum gibt es partikelarme und silikonfreie Lösungen bis 200 °C.

Die Abschätzung der notwendigen Heizleistung für die Erreichung einer bestimmten Temperatur in einer definierten Zeit erfolgt über

$$P = K \frac{m \cdot c \cdot \Delta T}{\Delta t}$$

P : Gesamtleistung in Watt

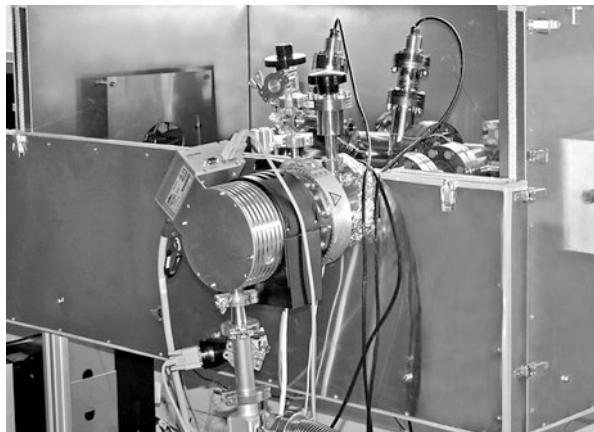
c : spezifische Wärmekapazität

m : Masse des zu beheizenden Bauteils

ΔT : Temperaturdifferenz (Endtemperatur minus Anfangstemperatur)

Δt : gewünschte Aufheizzeit

K : Korrekturfaktor für Wärmeverluste & Kältebrücken

Abb. 37 Heizbänder**Abb. 38** Heizbox

Typische Wärmekapazitäten c betragen für Aluminium 897 J/(kg · K), Kupfer 385 J/(kg · K) und Edelstahl 500 J/(kg · K). Aufgrund vernachlässigter Wärmeverluste und Kältebrücken sollte der ermittelte Wert um 50 % erhöht werden. Tab. 8 gibt einen Überblick über die Heizmöglichkeiten in der Vakuumtechnik.

Abb. 39 T-Stück mit Heizmanschette

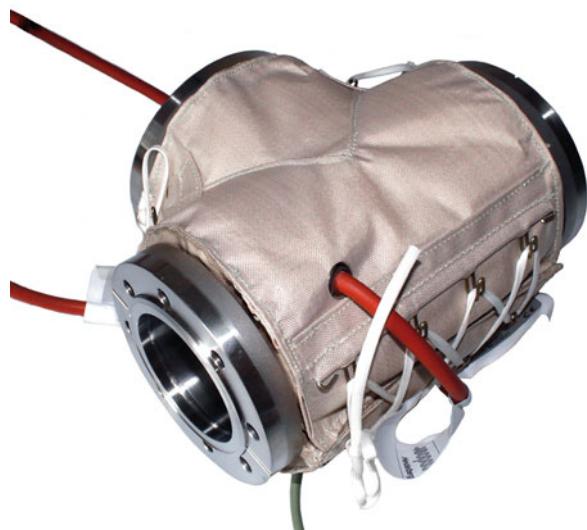


Abb. 40 RGA mit reinraumtauglichen Heizmanschetten



Tab. 8 Heizmöglichkeiten in der Vakuumtechnik

Merkmal	Heizband	Manschette	Heizzelt
Preis	kostengünstig	kostenintensiv	mittlere Kosten
Flexibilität	flexibel	passgenau	bedingt
Verlegbarkeit	aufwendig	einfach	ständiger Auf- und Abbau
Zeitaufwand	hoch	gering (< 50 %)	mittel
Isolierung	nein	integriert	integriert
Verbrennungsschutz	nein	ja, durch Isolierung	ja, wenn ausreichend isoliert
Temperatursensor	nein	optional besser regelbar	nur am Heizelement
Reinraumtauglichkeit	nein	möglich	nein
Verschiedene Heizkreise	möglich (kompliziert)	ja	nein
Stromersparnis	–	bis zu 75 % im Vergleich zu Heizbändern	k. A.

Die Wärmeerzeugung im Vakuum erfolgt beispielsweise über elektrisch betriebene Keramik-, Grafit-, Edelstahl-, Tantal- oder Titanheizer. Die wärmeerzeugenden Materialien werden nach den erforderlichen Temperaturen ausgewählt und müssen auf jeden Fall ausgasarm sein.

Literatur

1. CEROBEAR GmbH: CEROBEAR Wälzlager für die Vakuum- und Halbleiterindustrie. http://www.cerobear.de/fileadmin/images_3/Prospekte/CEROBEAR_Waelzlager_fuer_die_Vakuum_und_Halbleiterindustrie.pdf. Zugegriffen am 05.10.2017
2. BODYCOTE WÄRMEBEHANDLUNG GMBH: <http://www.bodycote.com/~/media/Files/B/Bodycote-Plc-V2/Attachments/S3P/FAQ/FAQ-Processes-for-Surface-Hardening-of-Stainless-Steels-Bodycote-S3P.pdf>. Zugegriffen am 05.10.2017
3. Posth, O., Wunderlich, H., Flämmich, M., Bergner, U.: Reinigung von Vakumbauteilen für UHV- und UCV-Anwendungen. Vak. Forsch. Prax. **24**(6), 18–25 (2012)
4. Henglein, A., Gutierrez, M.J.: Sonochemistry and sonoluminescence: effects of external pressure. J. Phys. Chem. **97**, 158 (1993)
5. Kao, P.S., Hocheng, H.: Optimization of electrochemical polishing of stainless steel by grey relational analysis. J. Mater. Process. Technol. **140**, 255–259 (2003)
6. Anders, H.: Prozessabhängige Oberflächenqualität plasmapolierte Werkstücke aus Chrom-Nickel-Stahl, Diplomarbeit BA Glaubach (2010)
7. Rähse, W.: Industrial product design: materials for the machinery. ChemBioEng. Rev. **1**, 117–132 (2014). <https://doi.org/10.1002/cben.201400009>
8. Middleman, K.J., Herbert, J.D., Reid, R.J.: Cleaning stainless steel for use in accelerators – phase 1. Vacuum. **81**(6), 793–798 (2007)
9. Adolf Würth GmbH & Co. KG: Praxishandbuch Oberflächenbearbeitung Edelstahl rostfrei, Künzelsau. https://www.wuerth.de/web/media/downloads/pdf/meinwuerth_1/downloadcenter/broschueren/praxishandbuch_oberflaechenbearbeitung_edelstahl_rostfrei.pdf (2014). Zugegriffen am 05.10.2017

10. Stahl-Informations-Zentrum Düsseldorf (Hrsg.): Merkblatt 212. V. Schneidau: Strahlen von Stahl. <https://files.vogel.de/vogelsonline/vogelsonline/files/2771.pdf>. Zugegriffen am 05.10.2017
11. Branchenportal Bauteilreinigung: CO₂-Schnee-Strahlen. Technische Universität Dortmund, FG Maschinenelemente. http://www.bauteilreinigung.de/Wissensspeicher/display_article/extern_article_id/119/extern_cat_id/11. Zugegriffen am 05.10.2017
12. Tuzi, Y., Kurokawa, Y., Takeuchi, K.: Effect of bake-out on the adsorption kinetics of gases in a vacuum chamber. Vacuum. **44**(5–7), 447–449 (1993)
13. Westerberg, L., Hjörvarsson, B., Wallén, E., Mathewson, A.: Hydrogen content and outgassing of air-baked and vacuum-fired stainless steel. Vacuum. **48**(7–9), 771–773 (1997)
14. Jones, A.W., Jones, E., Williams, E.M.: Investigation by techniques of electron stimulated desorption of the merits of glow discharge cleaning of the surfaces of vacuum chambers at the CERN intersecting storage rings. Vacuum. **23**(7), 227–230 (1973)
15. Vigh, J.R.: UV/ozone cleaning of surfaces. J. Vac. Sci. Technol. A. **3**(3), 1027–1034 (1985)
16. Hahn, U., Zapfe, K.: Technische Spezifikation Nr.: Vakuum 005/2008 Version 1.6/22.09.2010. Deutsches Elektronen Synchrotron DESY Hamburg. https://mhf-e-wiki.desy.de/images/c6/Vakuum_005_DESY_UHV_Richtlinien_1-5_final_stamp_eng.pdf. Zugegriffen am 05.10.2017
17. Meier, J.P.: Testing the Cleanliness of Cryostat Insulation Vacuum Components. Technical Guideline Number 7.18e, 2011-05-31. GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung GmbH, Darmstadt. <https://indico.gsi.de/event/1420/material/0/20> (2011). Zugegriffen am 05.10.2017
18. Taborelli, M.: Cleaning and surface properties. In: CAS – CERN Accelerator School and ALBA Synchrotron Light Facility: Course on Vacuum in Accelerators. CERN (2006). <https://cds.cern.ch/record/1047073/files/p321.pdf>. Zugegriffen am 05.10.2017
19. AD 2000-Regelwerk: TÜV e.V., Berlin (2011)
20. Leybold GmbH: Grundlagen der Vakuumtechnik, überarbeitet und zusammengestellt von Dr. Walter Umrathe unter Mitwirkung von Dr. Rudolf Bahnen. Köln, S. 17–19 (2016). https://www.leyboldproducts.de/media/pdf/10/0f/8b/FVT_Grundlagen_der_Vakuumtechnik_DE591eea2256c34.pdf. Zugegriffen am 24.01.2018
21. Barat Ceramics GmbH, Auma.: <http://www.barat-ceramics.com/files/12CBA97633D/Werkstoffe.pdf>. Zugegriffen am 05.10.2017
22. Sembach GmbH & Co. KG, Lauf.: <https://sembach.de/download/get/sembach-werkstoffdatenblatt/80.html>. Zugegriffen am 05.10.2017
23. Schott, A.G. (Hrsg.): Technical Glasses. Physical and Technical Properties. Mainz (2014); Dow Corning Corporation (Hrsg.): Dow Corning Insulation Glass Manual. Midland (2011)
24. Loctite®: The Adhesive Sourcebook, Bd. 18. Henkel Corp., Rocky Hill (2014)
25. Rietmann, T., Gottschall, S., Sahib, C., Flämmich, M., Bergner, U.: Optik braucht Vakuum. Vak. Forsch. Prax. **25**(1), 18–26 (2013)
26. Grote, K.H., Feldhusen, J. (Hrsg.): Dubbel: Taschenbuch für den Maschinenbau, 21. Aufl. Springer, Berlin/Heidelberg (2005)
27. Datenblatt 1.4404 (Hrsg.): Deutsche Edelstahlwerke, (2008)
28. Datenblatt 1.4305 (Hrsg.): Deutsche Edelstahlwerke, (2008)
29. Datenblatt 1.4301 (Hrsg.): Deutsche Edelstahlwerke, (2008)
30. Matthews, K.: The Crystran Handbook of Infra-Red and Ultra-Violet Optical Materials. Crystan Ltd., Poole (2008)
31. CRS Holdings Inc.: Carpenter Speciality Alloys. Controlled-Expansion Alloys, S. 18–22. self-publishing of CRS Holdings, Wyomissing. <https://www.cartech.com/globalassets/literature-files/carpentercontrolledexpansionalloys.pdf> (1999)
32. Binder, H.H.: Lexikon der chemischen Elemente. Hirzel Verlag, Stuttgart (1999)
33. Apertet, Y., Ourdane, H., Glavatskaya, O., Goupil, C., Lecoeur, P.: Optimal working conditions for thermoelectric generators with realistic thermal coupling. Europhys. Lett. **97**, 28001 (2012)



Berechnung und Regelung von Vakumsystemen

34

Karl Jousten und Uwe Meissner

Zusammenfassung

Im ersten Teil dieses Kapitels wird ein Überblick über die elektronischen Steuerungssysteme für Vakuumprozesse gegeben. Im zweiten Teil wird zusammengefasst, wie Vakumsysteme berechnet werden können, wobei die Grundlagen in den Kapiteln Kap. „Strömung von Gasen“ bis Kap. „Strömung von Gasen durch Rohre und Blenden“ gelegt wurden. Es werden Berechnungsmethoden mit starken Vereinfachungen angegeben, die aber in der Regel für praktische Zwecke genügen.

1 Elektronische Anbindung von Vakumsystemen

1.1 Überwachung durch Prozesssensoren und automatisierte Datenauswertung

1.1.1 Anforderungen und Anwendungen

Vakuumprozesssysteme und deren Komponenten wie Gasflussregler, Vakuumpumpen, Vakummesssysteme, Plasmageneratoren oder Verdampfereinheiten liefern umfangreiche Informationen für die Überwachung und Steuerung von Prozessen in der Vakuumtechnik. Zusätzlich sind verschiedene Monitoring-Lösungen für die zuverlässige Überwachung von Prozessen verfügbar.

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland
E-Mail: karl.jousten@ptb.de

U. Meissner

MKS Instruments, Dresden, Deutschland
E-Mail: Uwe_Meissner@mksinst.com

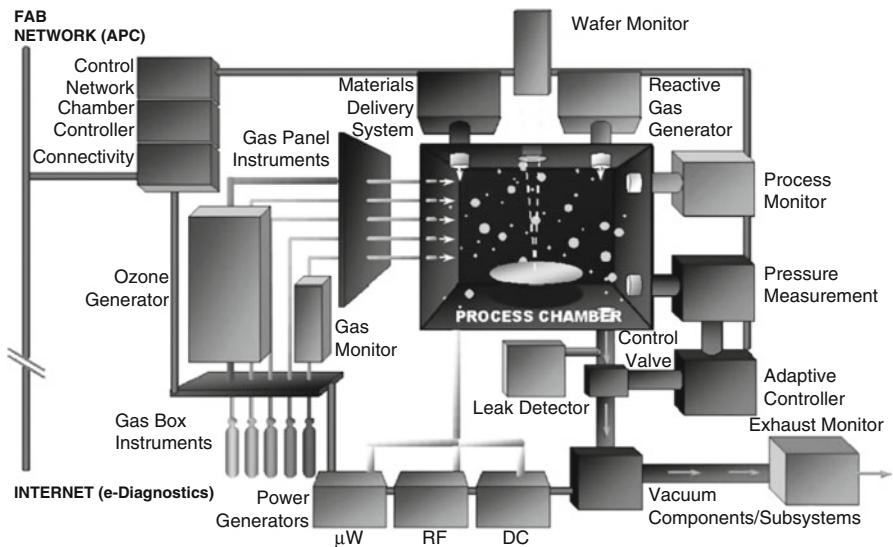


Abb. 1 Mögliche Komponenten einer Vakuumprozesskammer. Die installierten Komponenten sind von den angewandten Prozessen abhängig

Bei einer elektronischen Überwachung werden die Hauptkomponenten an der Vakuumprozesskammer über ein Bussystem vernetzt. Da alle prozesskritischen Parameter überwacht werden müssen, sollten integrierte Sensoren die erforderlichen Informationen sowohl der Anlagensteuerung als auch übergeordneten Systemen zur Verfügung stellen (Abb. 1).

Technologische Entwicklungen werden durch den Bedarf an immer leistungsfähigeren, kostengünstigeren und stärker energiesparenden elektronischen Bauelementen forciert. Dies erfordert eine kontinuierliche Verkleinerung der Strukturgrößen auf größeren Substraten (Wafern).

Bei der Einführung neuer Produkte sind die Hersteller von Chips aus wirtschaftlichen Gründen darauf angewiesen, schnell auf eine hohe Ausbeute (mature yield, 85 % bei Prozessoren und 90 % bei Speichern) zu kommen. Zu diesem Zweck müssen alle wichtigen Prozessparameter kontinuierlich überwacht und automatisch geregelt werden. Bei rund 40 Maskenschritten je Wafer kann der komplette Herstellungsprozess einige Wochen dauern. Ein führender Prozessorhersteller hat daher in seiner Dresdner Fabrik automatisierte Verfahren für den Produktions- und Materialfluss entwickelt, die einer autonomen Fabrik nahe kommen. Neben der entsprechenden Software sind dafür hoch entwickelte Verfahren zur Prozessüberwachung sowie Sensoren unabdingbar.

Auch in anderen Bereichen wie der großflächigen Beschichtung von Glas und der Herstellung von Dünnschicht-Solarzellen ist ein fortschrittliches Prozessmonitoring Grundvoraussetzung für eine konstante Produktqualität und Performance.

Für die unterschiedlichen Prozesse haben sich in der Praxis unterschiedliche Sensoren bzw. Messprinzipien durchgesetzt (Tab. 1).

5 Elements of Efficiency

Ihre Ersparnis – Ihr Erfolg

Die Wirtschaftlichkeit von Vakuumsystemen hängt vom Zusammenspiel unterschiedlichster Faktoren ab. Design, Wärmerückgewinnung, Steuerung, Zentralisierung, Kompetenz spielen eine entscheidende Rolle.

Durch Beachtung dieser fünf Elemente lässt sich ein Maximum an Produktivität erzielen – bei minimalen Kosten. Mit dem Vakuum-Konzept „5 Elements of Efficiency“ von Busch sichern Sie sich dieses Potential.

Optimieren Sie mit uns!



Tab. 1 Prozesssensoren/Messverfahren und deren Anwendung

Prozesssensor/Messprinzip	Prozess	Anwendung
Massenspektrometer/RGA	PVD/Sputtern, Ionenimplantation	Überwachung der Vakuumbedingungen, Rest- und Prozessgaszusammensetzung, Endpunktbestimmung, Ausgasverhalten von Substraten
Plasmaemissionsspektrometer	PECVD Plasmaätzen	Endpunktbestimmung, Plasmaanalyse
Infrarot (FTIR/NDIR) Spektrometer	Plasmaätzen	Endpunktbestimmung, Prozessrestgasüberwachung
V/I Probe/RF Probe	Plasmaprozesse	Charakterisierung von Plasmen über elektrische Parameter
Partikeldetektoren	Vakuumprozesse	Überwachung der Prozesskammerkontamination

Besonders komplexe Prozesse erfordern im industriellen Einsatz eine weitgehende Integration der Sensoren in die Automatisierungslösung, „Stand-alone“-Sensorsysteme mit zusätzlichem Bedienaufwand sind für diese Produktionsumgebungen nicht einsetzbar. Für ein effektives Prozessmonitoring sollten daher die Kriterien, die in Abb. 2 grafisch veranschaulicht sind, beachtet und kontinuierlich optimiert werden, um die Analyse von Fehlern und damit die Qualität der produzierten Produkte zu verbessern.

1.2 Integrationslösungen

Wie erwähnt, ist eine Integration der Sensoren aus zweierlei Sicht erforderlich:

- Automatisierbare Prozessüberwachung und Anlagensteuerung sowie
- Datenübergabe zur Produktionssteuerung oder für externe Systeme wie APC (Advanced Process Control), SPC (Statistical Process Control) oder MES (Manufacturing Executing System).

Eine zuverlässige Prozess- und Anlagenüberwachung bzw. -steuerung sowie eine weitere Verwendung der Daten für tiefere Datenanalyse zur Qualitätssicherung in der Produktion lässt sich mit einer solchen Strategie realisieren.

Bisher lieferten die Sensoren oft nur einfache analoge oder digitale Signale (z. B. zur Bestimmung von Endpunkten oder bei Abweichung von Sollbedingungen). Heute ermöglichen digitale Schnittstellen und Protokolle einen bidirektionalen (beidseitigen) Datenaustausch zwischen Sensoren und Anlagensteuerungen. Viele Sensorhersteller bieten für den Datenaustausch recht komfortable Softwarelösungen an, allerdings oft mit herstellerspezifischen Protokollen. Trotz der fortschreitenden Standardisierung gerade in der Halbleiterindustrie konnten bisher noch keine einheitlichen Protokolle für Prozesssensoren definiert werden.

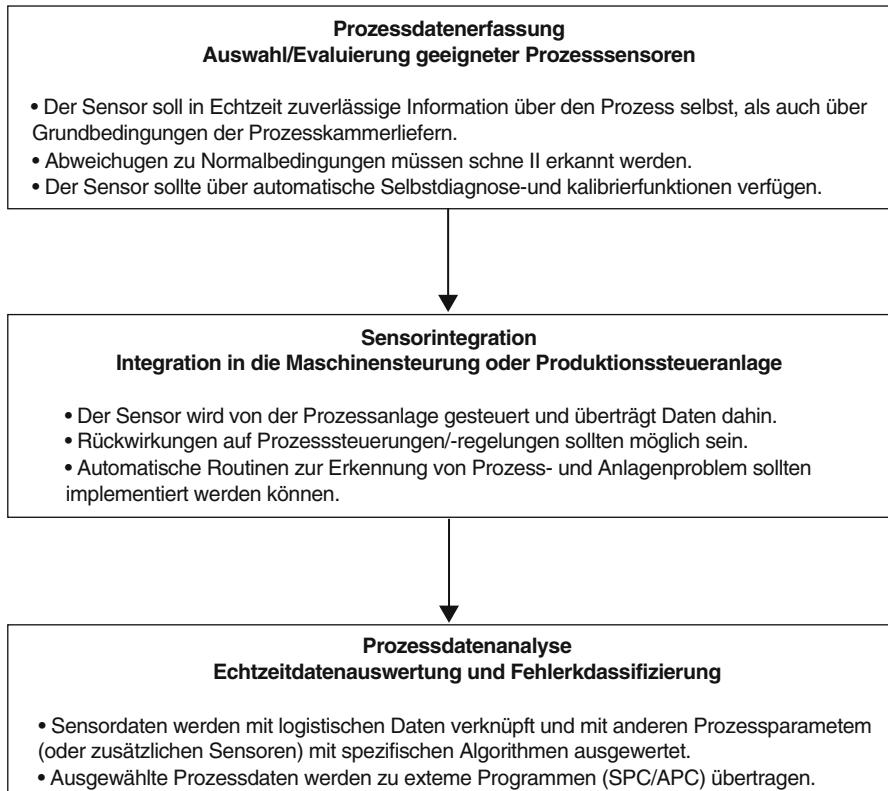


Abb. 2 Kriterien für eine effiziente Implementierung und Optimierung der Prozessüberwachung

Die heute möglichen Integrationskonzepte werden in den folgenden Abschnitten kurz beschrieben.

1.2.1 ASCII-Protokolle

Manche der heute eingesetzten Prozess-Monitoring-Systeme wie Massenspektrometer (RGA) sind mit einem eingebetteten Prozessor sowie Systemsoftware ausgestattet. Diese Systemsoftware unterstützt dabei eine Reihe von offenen Protokollen (ASCII), so dass der Prozesssensor sich damit ohne Hilfe zusätzlicher Computer bzw. Software betreiben lässt. Das gilt sowohl für das Auslesen von Messdaten wie Partialdrücken als auch für die Konfiguration der Messungen wie Massebereich, Ionisierung sowie weiterer Parameter. Die umfangreiche Steuerelektronik des RGA erlaubt auch die Integration eines Web-Servers, auf den über einen üblichen Web-Browser auch von fernen Standorten für einfache Funktionen zugegriffen werden kann.

Das ASCII-Protokoll enthält sensorspezifische Funktionen und wird daher von den Herstellern offen gelegt. Optionale Tools erleichtern die Einbindung in Programmierumgebungen wie Java oder C++. Eine damit einher gehende Implemen-

Abb. 3 Zwei RGA-Systeme (Restgasanalysatoren) an einem Ethernet-Netzwerk-Hub (Mit freundlicher Genehmigung der MKS Instruments Deutschland GmbH)



tierung des Ethernet-Protokolls TCP/IP erlaubt eine Integration in das lokale Netzwerk, ohne die bekannten Einschränkungen der seriellen Schnittstellen (Abb. 3).

1.2.2 Standardisierte Bussysteme

Sensornetzwerke wurden ursprünglich entwickelt, um digitale Informationen wie „Ein/Aus“ an ein Maschinen- oder Anlagensystem zu übertragen. Der bekannteste Bus, vor allem in Europa, ist das ASI-System [1], mit dem sich einfache und preiswerte Anlagensteuerungen realisieren lassen.

Die nächst höhere Stufe der Feldbusse überträgt zusätzlich zu diesen einfachen Signalen komplexere Informationen wie Soll- und Istwerte und erlaubt auch Regelschleifen. Typische Vertreter der für die industrielle Automation entwickelten Feldbusse [2] sind DeviceNet Interbus oder Profibus [4]. Neuere Entwicklungen zielen in Richtung TCP/IP-Protokoll und Echtzeit. Ethernet TCP/IP erlaubt auf Grund der einheitlichen Protokolle eine durchgängige Vernetzung, vom Büronetz bzw. übergeordneten Fabriknetz herunter bis zum Sensor.

Die Weiterentwicklung des Profibus (Datenrate 16 Megabit/Sekunde) heißt Profinet (Datenrate 100 Megabit/Sekunde) und basiert auf dem Industrial Fast Ethernet mit TCP/IP. Mit Hilfe eines speziellen Chips (Switch) erreicht Profinet auch bei vielen angeschlossenen Sensoren/Aktuatoren eine garantierter Zykluszeit von einer Millisekunde bei einer Mikrosekunde Jitter [5]. Die SEMI (Semiconductor Equipment and Materials Institute) hat bereits im April 2005 Profibus/Profinet als SEMI E54.8/E54.14-Standards für den Einsatz in der Halbleiterindustrie akzeptiert.

Nachteilig ist die begrenzte Länge von Nachrichten, die Integration einer größeren Anzahl komplexer Prozesssensoren stößt schnell an Grenzen. Diese Bussysteme sind daher auf die Integration einfacher Sensoren mit wenigen Messgrößen und einfachen Komponenten wie Gasflussreglern begrenzt.

1.2.3 Sensor-Integration nach SECS- und HSMS-Standard

In der Halbleiterindustrie definieren die Prozesse maßgeblich die Protokolle. „Historisch“ haben sich daher Protokolle auf der seriellen Schnittstelle RS232 [6] wie GEM (Generic Equipment model) und SECS (Semiconductor equipment communication standard) etabliert. Viele Lieferanten von Halbleiter-Fertigungsausrüstun-

gen haben diese Quasi-Standards adaptiert und liefern entsprechende Software für die Prozessintegration.

Der SESC-Standard erlaubt es beispielsweise, von einem Hostcomputer aus Messungen zu starten oder Messwerte zu übertragen. SECS-I basiert auf RS232 und hat eine limitierte Größe von acht Megabyte für eine Nachricht (Message). SECS-II-Nachrichten werden als strukturierte binäre Daten über das Netzwerk versendet, ohne Bandbreite zu verschwenden. Wird der HSMS-Standard (High-speed message services) über ein TCP/IP-Netz eingesetzt, erhöht sich die Datenübertragungsrate signifikant. Der GEM-Standard definiert eine Sequenz von SECS-II-Nachrichten für bestimmte Szenarien, die vom Equipment-Hersteller festgelegt werden können.

Nachteil der Protokolle auf seriellen Schnittstellen ist, dass nur zwei Teilnehmer gleichzeitig Daten untereinander austauschen können. Auch die Integration von Prozesssensoren ist durch die meist nur zwei seriellen Schnittstellen-Ports begrenzt, da neben dem Prozess auf der einen auch die externe Produktionssteuerung (MES) auf dem zweiten Port läuft. MES ist hier primär für die komplette Ablaufsteuerung des Prozesses zuständig. Dabei werden logistische Daten (Produkt-ID, Rezepte) übertragen sowie Prozessdaten von der Anlage gesammelt und aufbereitet.

Auch das seit einigen Jahren eingeführte HSMS-Protokoll konnte diese Limitierung nicht aufheben [7]. Einige marktgängige Produkte überwinden diese Begrenzung durch Software-Multiplexer, die eine Mehrfachnutzung des Protokolls erlauben. Am Beispiel der MKS® BlueBox® zeigt Abb. 4, wie sich die Schnittstellenbegrenzung aufheben lässt.

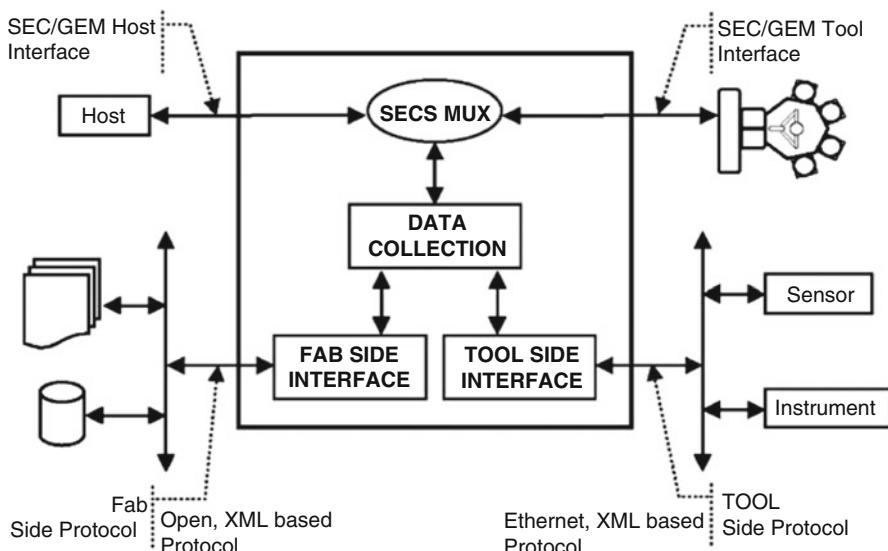


Abb. 4 Sensorintegration mittels SECS-Multiplexers in der Halbleiterindustrie (MKS® BlueBox®)

Sensoren und/oder komplexe Prozessüberwachungen sind hier in einem abgeschlossenen Netzwerk rund um die Anlagensteuerung (und für jede Anlage getrennt) vernetzt. Sensoren mit unterschiedlichen Protokollen und Kommunikationstechnologien sind integrierbar, unabhängig von ihrer analogen, digitalen seriellen oder TCP/IP-Schnittstelle. Gateways integrieren diese unterschiedlichen Sensoren vollständig und herstellerneutral in die Datenerfassung.

Ein abgeschlossenes Sensornetzwerk ist erforderlich, um die Sensor- mit den Prozessdaten zu synchronisieren. Alle Daten erhalten einen einheitlichen Zeitstempel und werden dem real gefertigten Produkt und Prozessschritt zugeordnet. Das MKS-Toolside™-Protokoll auf Basis der Industriestandards TCP/IP und XML erfüllt diese Anforderungen. Darüber hinaus stellt es zusätzliche Daten wie Informationen über den Zustand der Prozesskammer oder logistische Daten aus der Produktionsanlage anderen Anwendungen zur Verfügung. Integrierte Web-Server erlauben die Abfrage von Sensordaten per Web-Browser.

Um eine erweiterte Prozessdatenanalyse nach Abschn. 1 zu ermöglichen, müssen diese Daten auch dem Produktionsnetzwerk übergeben werden können. Abb. 5 zeigt das Prinzip einer Produktionsumgebung, vernetzt mit mehreren Prozessanlagen.

Weiterhin wird sich im Bereich der Halbleiterproduktion immer mehr das auf SOAP/XML (Simple Object Access Protocol/Extensible Markup Language) basierende Interface A bzw. der Equipment Data Acquisition Standard (EDA) etablieren. Dieser Standard ermöglicht die Datenübertragung sowohl von komplexen Sensoren als auch von Maschinenzuständen und logistischen Informationen in einer großen Bandbreite.

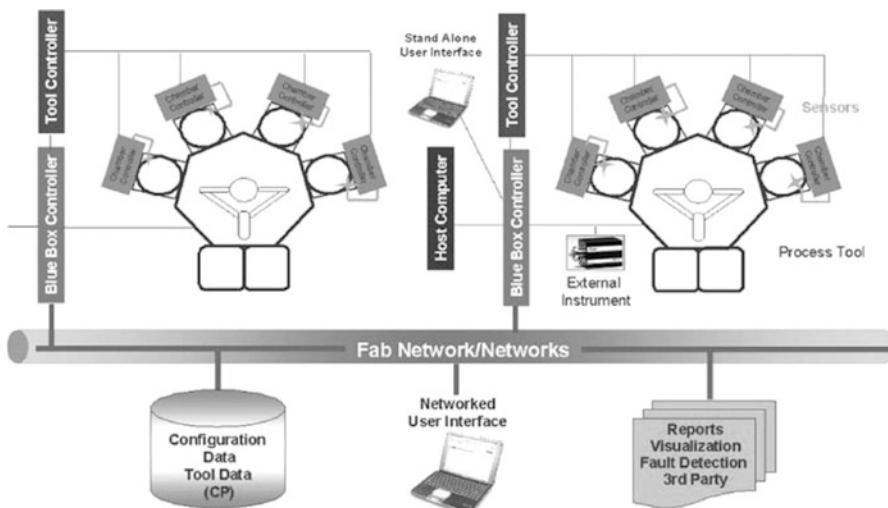


Abb. 5 Vernetzung von Prozessanlagen und Sensoren in der Halbleiterindustrie

1.2.4 Prozessdatenanalyse

Bei einer größeren Menge zu überwachender Prozessparameter ist eine Analyse der Prozessdaten sinnvoll.

Umfang und Komplexität der Informationen aus Prozesssensoren (z. B. Massenspektren, Adsorptionsspektren) erfordern oft eine Aufbereitung der Daten in Echtzeit, um sie für die Prozessüberwachung nutzen zu können. Sensor- und prozessspezifische Algorithmen berücksichtigen dafür die Rohdaten der Sensoren und andere Messgrößen oder Informationen (Abb. 6).

In den übergeordneten Systemen zur Prozessüberwachung und -optimierung sind eine Reihe von Verfahren im Einsatz, die der Komplexität der Halbleiter-Fertigungsprozesse Rechnung tragen und eine über mehrere Prozessschritte greifende Kontrolle ermöglichen. Einige dieser Verfahren sind nachfolgend aufgeführt:

SPC (Statistical Process Control): Die Fehlerhäufigkeit wird mit Maschinen- und Sensordaten korreliert, um längerfristige Einflüsse auf die Qualität des Endproduktes zu lokalisieren und zu beheben. Statistische Methoden ermitteln prozessübergreifend, ob Prozesstoleranzen eingehalten werden und welche Auswirkungen in der Qualität bei Abweichungen in einzelnen Prozessschritten zu erwarten sind.

AEC (Advanced Equipment Control): Überwachung einer Prozesskammer oder Prozessanlage mit aktiven Sensoren, die in die Steuerung eingreifen. Bei einer Abweichung von den Sollwerten können beispielsweise der laufende Prozess abgebrochen oder Warnsignale ausgegeben werden.

APC (Advanced Process Control): In vernetzten Anlagen werden die Daten in einem übergeordneten System ausgewertet sowie die Steuerung nach- und vorgelagerter Prozesse dynamisch angepasst. Trends oder Driften erfasst eine Kombination aller beteiligten Sensoren, korreliert mit Maschinen-, Anlagen- oder Produktionsdaten der gesamten Kette.

FDC (Fault Detection and Classification): Sensoren überwachen die Produktqualität während der Produktion in Echtzeit und erfassen mit Hilfe prozessspezifischer Modelle negative Trends, die zu einer Verschlechterung der Qualität auch in nachfolgenden Prozessen führen können. Anhand der Maschinen- und Sensordaten

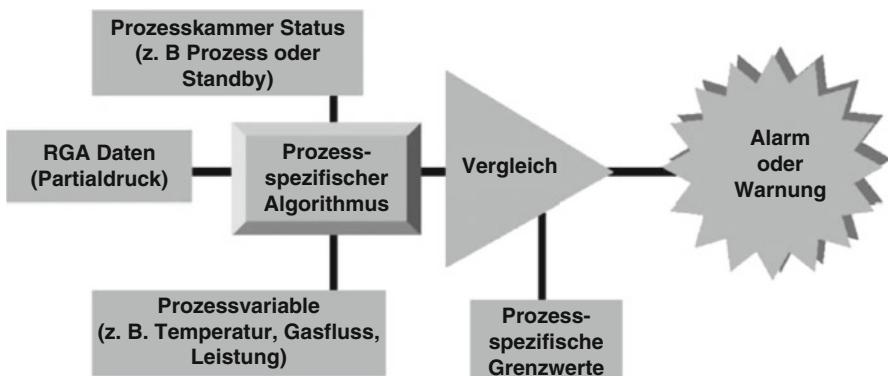
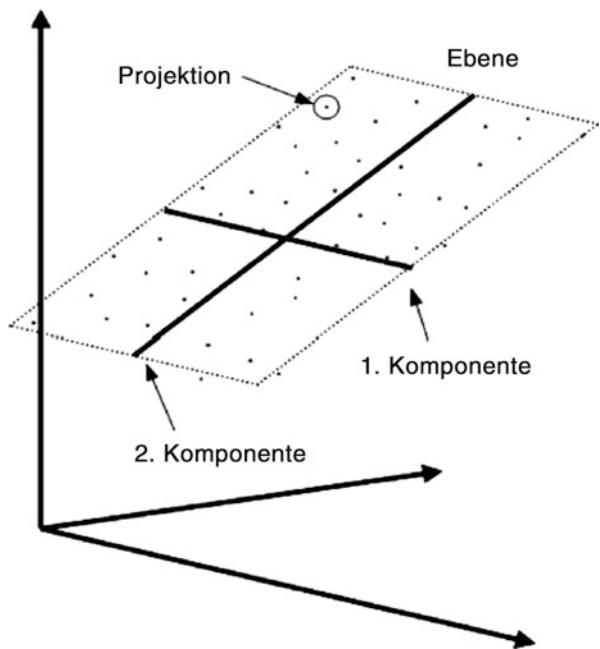


Abb. 6 RGA-basierender Algorithmus zur Prozessüberwachung

Abb. 7 Projektion der Messwerte in der Hauptkomponenten-Analyse



lassen sich beispielsweise Schichteigenschaften prognostizieren oder feststellen, ob sich das Produkt noch im zulässigen Prozessfenster befindet.

In APC-Anwendungen erreicht die Menge an Daten oft einen solchen Umfang, dass eine „univariate“ (auf eine Variable bezogene) Auswertung der Sensordaten nicht oder nur schwer möglich ist. Daher sind seit kurzer Zeit auch „multivariate“ Methoden zur Prozessdatenanalyse [8] im Einsatz. Dahinter steht eine statistische Auswertung der korrelierten Daten. Das vereinfachte Prinzip zeigt Abb. 7. Jeder Datenpunkt repräsentiert einen Messwert im Prozess. Bei Prozessen mit mehreren spezifischen Abschnitten ist eine separate Analyse sinnvoll.

Bei der Analyse der Hauptkomponenten (PCA – Principle Component Analysis) werden die Messwerte auf die ersten beiden Hauptkomponenten projiziert, also die für diese „Datenwolke“ charakteristischen Koordinaten ermittelt. Das ergibt eine erhebliche Kompression der Daten sowie eine Basis, um die kritischen Prozessparameter und ihre Korrelation zueinander zu identifizieren (Abb. 7). Bei komplexen Prozessen sind mehrere Komponenten nach dieser Methode zu untersuchen, um die beste Projektion des Prozesses und deren Einflussgrößen zu bestimmen.

Bei diesem Verfahren wird nicht nur die Amplitude des Sensorsignals, sondern auch die zeitliche Veränderung und Korrelation zu anderen Prozessparametern betrachtet, was einen wesentlichen Vorteil darstellt. Tatsächlich sind in der Praxis die meisten Prozessphänomene „multivariater“ Natur, also von mehreren Parametern gleichzeitig abhängig.

Ein einfaches Beispiel für eine multivariate Abhängigkeit ist ein virtuelles Leck in der Vakuumkammer, das ein RGA durch veränderte Partialdrücke zwar erkennt,

das aber nur durch die Korrelation mit Maschinenparametern als eindeutige Fehlerursache identifizierbar ist.

Einige der heute erhältlichen FDC-Systeme unterstützen diese Analysemethode auch zur Prozessüberwachung in Echtzeit.

2 Berechnung von Vakuumssystemen

Der Konstruktionsentwurf eines komplexen Vakuumssystems sollte mit dessen Berechnung einhergehen. Gegenstände der Berechnung eines Vakuumssystems sind hauptsächlich die Ermittlung des Enddrucks, die Einstellung der nötigen Arbeitsdrücke (u. U. auch Atmosphärendruck, z. B. zum Ausschleusen) und der dazu nötigen Zeiten. Dazu ist es nötig, die Leitwerte im System zu berechnen, die Pumpen hinsichtlich Saugvermögen und Enddruck richtig zu dimensionieren und den Gas-einlass entsprechend zu gestalten. Hinzu kommt die geeignete Positionswahl von Vakuum- und Partialdruckmessgeräten sowie von Ventilen, damit das Vakuumssystem richtig gesteuert werden kann.

Die Grundlagen für diese Berechnungen wurden in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“ bis ► Kap. 10, „Strömung von Gasen durch Rohre und Blenden“ gelegt. In den folgenden Abschnitten werden Näherungen für die Praxis und einige Anwendungen beschrieben.

2.1 Analytische und numerische Berechnung

Unter den Bedingungen des idealen Gasgesetzes, einer konstanten Gasströmung in das Vakuumssystem und eines konstanten Saugvermögens lässt sich die lokal für ein Volumen V geltende Differentialgleichung

$$V \frac{dp}{dt} = q_{pV, \text{ ein}} - q_{pV, \text{ aus}} \quad (1)$$

durch die Gleichung

$$p(t) = \left[p_0 - p_{\text{end}} - \frac{q_{pV, \text{ ein}}}{S_N} \right] \exp\left(-\frac{S_N}{V} t\right) + p_{\text{end}} + \frac{q_{pV, \text{ ein}}}{S_N} \quad (2)$$

lösen, wenn das Saugvermögen S durch die Gleichung

$$S(p) = S_N \left(1 - \frac{p_{\text{end}}}{p} \right) \quad (3)$$

genähert wird. S_N gibt das maximale (Nenn-)Saugvermögen einer Pumpe und p_{end} deren Enddruck an (siehe Abschn. 2.3).

Bei der Berechnung konkreter Fälle gibt es nun das Problem, dass die obigen Gleichungen zu vereinfacht sind. S muss durch das effektive Saugvermögen am Volumen V ersetzt werden (► Abschn. 1.2 in Kap. 6, „Strömung von Gasen“) und dieses kann erheblich komplizierter von p abhängen als durch Gl. 3 genähert. $q_{pV, \text{ein}}$ ist im Realfall nicht konstant, sondern, was Desorption und Ausgasung angeht, eine komplizierte Funktion von der Zeit, dem Druck und der Temperatur (► Abschn. 2 in Kap. 11, „Sorption und Diffusion“). In einem Netzwerk von Volumen und Pumpen kann $q_{pV, \text{ein}}$ auch von der Lösung in der verbundenen Nachbarkammer abhängen.

In solchen Fällen behilft man sich, indem für die Größen Stufenfunktionen angewendet werden, also das Saugvermögen (und $q_{pV, \text{ein}}$) für einen bestimmten Druck- und/oder Zeitbereich als konstant angenommen wird. Mit numerischen Methoden sind feinere Unterteilungen möglich. Für komplexe Systeme, wo nicht allzu hohe Genauigkeit gefordert wird, genügen vereinfachte Modelle [9, 10]. Für die Berechnungen von Auspumpzeiten behilft man sich, indem man zunächst in einem Zeitschritt die durch das Gas im Volumen dominierte Evakuierungszeit (hoher Druck bis etwa 100 Pa), in einem weiteren die durch die Desorption dominierte Evakuierungszeit berechnet (siehe Gl. 13, ► Abschn. 2.3 in Kap. 11, „Sorption und Diffusion“) und diese Zeiten addiert. Diese Vorgehensweise überschätzt in der Regel die Evakuierungszeit für einen vorgegebenen Druck.

Sowohl die analytischen wie die numerischen Methoden benötigen verlässliche Eingabedaten. Im besten Falle gibt es eine gemessene Saugvermögenskurve, was für Turbomolekular- und Diffusionspumpen mit definierten Vorpumpen oft der Fall ist, bei kombinierten Pumpsystemen (z. B. mit Wälzkolbenpumpen) jedoch erhebliche Schwierigkeiten bereiten kann, weil nicht das System als Ganzes charakterisiert wurde.

2.2 Berechnung mit Netzwerken

Eine Analogie zwischen elektrischen und vakuumtechnischen Größen ermöglicht vereinfachte und schnelle Berechnungen von Vakuumsystemen und die Anwendung von Programmen zur Entwicklung von Schaltkreisen [11]. Tab. 2 gibt die wichtigsten korrespondierenden Größen an.

Ein Gasstrom q verhält sich analog zu einem elektrischen Strom, dem Druck des Gases entspricht die elektrische Spannung. In Analogie zum Ohmschen Widerstand

Tab. 2 Analogie zwischen vakuumtechnischen und elektrischen Größen

Elektrotechnik	Vakuumtechnik
Spannung U	Druckdifferenz Δp
Stromstärke I	Gassstrom q_{pV}
Elektrischer Widerstand R	Strömungswiderstand Z
Elektrischer Leitwert G	Leitwert C
Kapazität C_{el}	Volumen V

R bzw. Leitwert G eines elektrischen Bauelements kann man einen Strömungswiderstand Z und einen Strömungsleitwert (kurz: Leitwert) C einer Leitung definieren:

$$Z : \frac{\text{Druckdifferenz}}{\text{Stromstärke}} = \frac{\Delta p}{q_{pV}} \quad (4)$$

$$C : \frac{1}{Z} = \frac{q_{pV}}{\Delta p} \quad (5)$$

Je nachdem, in welcher Einheit man den Gasstrom einsetzt, erhält man Strömungswiderstand und -Leitwert in der entsprechenden Einheit. Üblicherweise verwendet man wie in Gl. 4 und Gl. 5 den pV -Durchfluss, so dass sich $[Z] = \text{s} \cdot \text{m}^{-3}$ oder $\text{s} \cdot \text{L}^{-1}$ und $[C] = \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ oder $\text{L} \cdot \text{s}^{-1}$ ergibt. Verwendet man den Teilchendurchfluss, so ist $[Z] = \text{Pa} \cdot \text{s}$ und $[C] = \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$. Im Folgenden wird, falls nicht anders vermerkt, der pV -Durchfluss benutzt.

Schaltet man *elektrische* Leiter hintereinander bzw. parallel, so addieren sich die einzelnen Widerstände bzw. Leitwerte zum Gesamt-Widerstand R bzw. zum Gesamt-Leitwert G : Entsprechend verhalten sich in der Vakuumtechnik Z und C :

bei Serienschaltung : $Z = Z_1 + Z_2 + Z_3 + \dots$ bzw.

$$= \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \frac{1}{C_3} + \dots \frac{1}{C} \quad (6)$$

bei Parallelschaltung : $C = C_1 + C_2 + C_3 + \dots$ bzw.

$$= \frac{1}{Z_1} + \frac{1}{Z_2} + \frac{1}{Z_3} + \dots \frac{1}{Z} \quad (7)$$

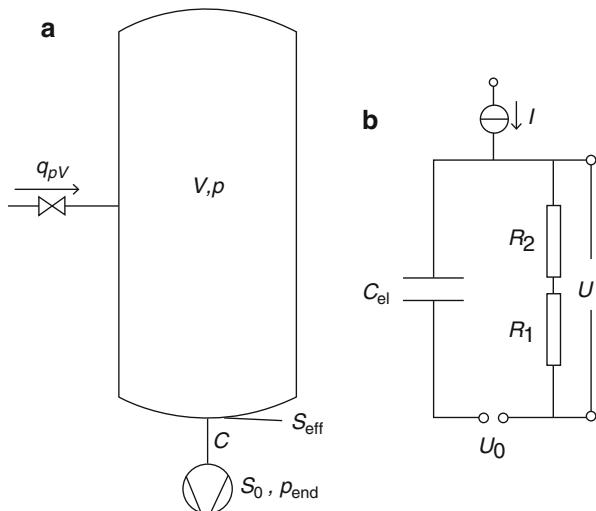
Zur praktischen Berechnung zusammengesetzter Leitungssysteme unterteilt man diese zweckmäßigerweise in einzelne Segmente, je nach geometrischen Abmessungen und den herrschenden Strömungsformen. Auch nichtstationäre Gasströmungen lassen sich analog zu elektrischen Strömen behandeln: Die Volumina der Leitungen entsprechen den Kapazitäten von Kondensatoren, die Trägheit der strömenden Gasmassen der Induktivität von Spulen.

Beispiel 1

Gegeben sei das einfache Vakuumssystem der Abb. 8. a) Zeichne das elektrische Analogon. b) Berechne das Analogon zu S_{eff} . c) Berechne das Analogon zur charakteristischen Auspumpzeit τ mit q_{pV} (bzw. I) = 0.

- Das Kamervolumen V wird gemäß Tab. 2 durch eine elektrische Kapazität simuliert. Die Kammer wird durch die zwei Strömungsleitwerte C und S_0 (das

Abb. 8 Ein einfaches Vakuumsystem **a** mit Gaseinlass q_{pV} , einer Kammer mit Volumen V und Druck p , einem Leitwert C zur Vakuumpumpe mit einem Saugvermögen S_0 und sein elektrisches Analogon **b**, siehe Beispiel 1



Saugvermögen der Vakuumpumpe) evakuiert. Die elektrische Kapazität wird über die zwei Widerstände R (entspricht C) und R_1 (entspricht S_0) entladen. Die Druckdifferenz p (Kammer) – p (Pumpeneinlass) entspricht einer Spannung U . Der Enddruck p_{end} einer Vakuumpumpe wird geeigneterweise durch eine feste Spannungsquelle U_0 gegen Erde simuliert. Die Stromquelle I gibt den Gaseinlassstrom q_{pV} wieder.

- b. Siehe Gl. 29 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“. Der effektive Leitwert berechnet sich aus der Summe der Kehrwerte (Widerstände) der einzelnen Leitwerte:

$$\frac{1}{G_{\text{ges}}} = \frac{1}{G_1} + \frac{1}{G_2}; \quad G_{\text{ges}} = \frac{G_1 G_2}{G_1 + G_2} = R^{-1} = \frac{1}{R_1 + R_2}$$

- c. Gelöst wird die vakuumphysikalische Differentialgleichung (siehe auch ► Abschn. 7 in Kap. 35, „Arbeitstechnik im Grob- und Feinvakuum“)

$$V \frac{d(p - p_{\text{end}})}{dt} = -S_{\text{eff}}(p - p_{\text{end}})$$

durch $p(t) = p_{\text{end}} + p(0)\exp(-\frac{t}{\tau})$ mit $\tau = V/S_{\text{eff}}$. Die analogen Gleichungen für das elektrische Netzwerk lauten

$$C_{\text{el}} \frac{d(U - U_0)}{dt} = -G_{\text{ges}}(U - U_0)$$

durch

$$U(t) = U_0 + U(0)\exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad \text{mit } \tau = C_{\text{el}}/G_{\text{ges}}.$$

Die Analogie hat allerdings in einigen wichtigen Punkten ihre Grenzen:

1. Der Strömungswiderstand (Leitwert) kann vom Druck abhängen, der elektrische Widerstand hängt dagegen im Rahmen des Ohmschen Gesetzes nicht von der Spannung ab.
2. Der Strömungswiderstand (Leitwert) hängt von der Gasart ab, der elektrische Widerstand kennt nur „einen“ Strom.
3. Im elektrischen Fall gibt es keine Einlaufströmung, die im Fall der Gasströmung mit einem zusätzlichen Strömungswiderstand einhergeht.
4. Das Hintereinanderschalten von Strömungswiderständen (Leitwerten) muss den Strahleffekt beachten, was im elektrischen Analogon nicht notwendig ist.
5. In der Vakuumtechnik gibt es kein Analogon zu imaginären Impedanzen.

Punkt 3 und 4 bedeuten, dass, im Gegensatz zum elektrischen Fall, der Strömungswiderstand eines Leitungsstücks vom Einbau abhängt: Wird es direkt am Kessel montiert, ist sein Strömungswiderstand größer, als wenn es hinter einer anderen Leitung montiert wird. Wegen der Einlaufströmung (Punkt 3) gilt bei der Parallelschaltung Gl. 7 nur dann, wenn die Leitungseinläufe so weit voneinander entfernt sind, dass sich die Einlaufströmungen nicht gegenseitig beeinflussen.

Berücksichtigt man diese Einschränkungen, kann man mit dem elektrischen Analogon schnell wichtige Hilfen für die Konstruktion eines Vakuumsystems erhalten.

2.3 End- und Arbeitsdruck in Vakuumssystemen

Der Enddruck in einem Vakuumssystem ist der asymptotische Wert des Drucks, dem sich ein Vakuumssystem nach sehr langer Pumpzeit nähert. Er kann nicht kleiner sein als der kleinste Enddruck der angeschlossenen Vakuumpumpen.

Der Arbeitsdruck ist der zur Durchführung eines Vakuumprozesses herrschende Druck und liegt in der Regel um viele Größenordnungen über dem Enddruck.

2.3.1 Enddruck

Der Enddruck p_{end} einer Vakuumpumpe ist der niedrigste Druck, den die Vakuumpumpe ohne Gaseinlass auf der Saugseite asymptotisch erreicht. Der Enddruck wird in einer für die jeweilige Pumpenart international festgelegten Messanordnung gemessen (siehe ► Tab. 1 in Kap. 30, „Normen der Vakuumtechnik“).

Da der Enddruck p_{end} eine asymptotische Größe ist, für deren Ermittlung eine unendlich lange Wartezeit erforderlich wäre, benutzt man in der Praxis den sogenannten Betriebsenddruck $p_{B, \text{end}}$. Darunter wird der Enddruck verstanden, der sich nach einer endlichen, im Einzelnen festzulegenden Zeit ergibt (siehe betreffende

Norm). Die zur Messung von $p_{B, \text{end}}$ erforderlichen Zeiten (Auspumpzeiten) sind um so länger, je kleiner die Drücke sind, und betragen bei Hochvakuumpumpen, bei denen $p_{B, \text{end}}$ bereits im UHV liegt, etwa 24 h. Bei Drehschieberpumpen wird zwischen Endtotaldruck (mit Öldampf) und Endpartialdruck (ohne Öldampf) unterschieden. Bei Pumpen, die mit einer Gasballaststeinrichtung ausgestattet sind (siehe ► Abschn. 3.2 in Kap. 16, „Betrieb von Verdängerpumpen“), werden diese beiden Drücke vielfach mit und ohne Gasballast gemessen.

Unter dem Enddruck einer Vakuumapparatur oder -anlage wird der niedrigste Druck verstanden, der sich in einer sauberen und trockenen Vakuumapparatur oder -anlage asymptotisch einstellt, wobei analog zum Enddruck einer Vakuumpumpe in der Praxis der Betriebsenddruck $p_{B, \text{end}, A}$ gemessen wird. Er ist abhängig von:

- a. der Art der verwendeten Vakuumpumpe oder Vakuumpumpenkombination, einschließlich zusätzlich verwendeter Bauelemente (z. B. Kühlfallen, Sorptionsfallen u. Ä.).
- b. dem aus den Wänden des Vakuumbehälters und von den Einbauten desorbierenden und aus deren Innerem ausgasenden Gasstrom (► Kap. 11, „Sorption und Diffusion“ und ► Abschn. 3 in Kap. 31, „Werkstoffe in der Vakuumtechnik“)
- c. der Dichtheit der Apparatur oder Anlage, die im Wesentlichen durch Art und Anzahl der Flansche und ihrer Dichtelemente bestimmt wird.

2.3.2 Arbeitsdruck

Bei der Durchführung eines Vakuumprozesses herrscht im Vakuumkessel ein sowohl zeitlich als auch räumlich veränderlicher Druck, der als Arbeitsdruck p_{arb} bezeichnet wird. Da am Vakuumkessel meist nur feste Druckmessstellen angebracht sind, bleibt in der Praxis die räumliche Druckänderung außer Betracht, was bei druckkritischen Prozessen berücksichtigt werden muss.

Für die Zeitabhängigkeit des Arbeitsdrucks gilt die Gleichung

$$p_{\text{arb}}(t) = \frac{q_{pV, \text{aus}}(t) + q_{pV, \text{verd}}(t) + q_{pV, \text{Leck}}(t) + q_{pV, \text{perm}}(t) + q_{pV, \text{prozess}}}{S_{\text{eff}}(t)} + p_{B, \text{end}, A} \quad (8)$$

Dabei sind $q_{pV, \text{aus}}$ der Ausgasungsstrom, der sich aus dem von den Wänden des Vakuumbehälters und von den Einbauten desorbierenden und aus deren Innerem ausgasenden Gasstrom (► Kap. 11, „Sorption und Diffusion“ und ► Abschn. 3 in Kap. 31, „Werkstoffe in der Vakuumtechnik“) zusammensetzt. $q_{pV, \text{verd}}$ ist der von leichtflüchtigen Substanzen verdampfende Gasstrom, soweit er von der Pumpe abgepumpt wird. $q_{pV, \text{Leck}}$ (► Abschn. 2.2 in Kap. 38, „Lecksuchtechniken“) und $q_{pV, \text{perm}}$ (► Abschn. 3 in Kap. 31, „Werkstoffe in der Vakuumtechnik“) sind die i. A. zeitlich konstanten Leck- und Permeationsgasströme. $q_{pV, \text{prozess}}$ ist der beim Vakuumprozess (z. B. Glühen, Schmelzen, Verdampfen) frei werdende oder zusätzlich eingelassene Gasstrom. S_{eff} ist das am Behälter wirksame Saugvermögen

(► Abschn. 1.2 in Kap. 6, „Strömung von Gasen“). $P_{B, \text{end}, A}$ ist der sich im Behälter einstellende Betriebsenddruck, wenn alle $q_{pV} = 0$ sind.

Bei der Durchführung eines Vakuumprozesses ist oft der Basisdruck p_{bas} , der im Kessel vor Beginn des Vakuumprozesses herrscht, von Interesse; er kann mit dem Enddruck identisch sein. p_{bas} ergibt sich aus Gl. 1, wenn man $q_{pV, \text{prozess}} = 0$ setzt, zu

$$p_{\text{arb}}(0) = \frac{q_{pV, \text{aus}}(0) + q_{pV, \text{verd}}(0) + q_{pV, \text{Leck}} + q_{pV, \text{perm}}}{S_{\text{eff}}} + p_{B, \text{end}, A} \quad (9)$$

Für diesen Anfangswert sind je nach der Art des durchzuführenden Vakuumprozesses sehr verschiedene Werte zulässig. Zur Durchführung von Trocknungsprozessen genügen Werte, die im Feinvakumbereich liegen. Bei Vakuum-Aufdampfprozessen sind Werte, die im Hochvakumbereich liegen, erforderlich. Der Betrieb einer Vakuumanlage ist umso wirtschaftlicher, je größer der Anfangsarbeitsdruck $p_{\text{arb}}(0)$ sein darf und je kleiner der Prozessgasstrom ist. Dieser kann allerdings – wenigstens zeitweise – sehr große Werte annehmen, so dass sich die Wahl der Vakuumpumpe oder der Pumpenkombination vor allem nach diesen Höchstwerten richten muss. Um das effektive Saugvermögen der Pumpe vornehmlich für den Vakuumprozess freizuhalten, soll die Summe der anlagebedingten Gasströme $q_{pV, \text{aus}} + q_{pV, \text{verb}} + q_{pV, \text{Leck}} + q_{pV, \text{perm}}$ möglichst nicht größer als $0,1 \cdot q_{pV, \text{prozess}}$ sein.

Wird der Arbeitsdruck hauptsächlich durch den Gasstrom bestimmt, der aus dem Vakuumprozess frei wird, so gilt nach Gl. 1 näherungsweise

$$p_{\text{arb}} = \frac{q_{pV, \text{prozess}}}{S_{\text{eff}}} \quad (10)$$

Über die Größe der bei den einzelnen Vakuumprozessen frei werdenden Gasströme lassen sich keine allgemein gültigen Aussagen machen, weil sie weitgehend von den betreffenden Verfahren abhängen.

Beispiel 2

Ein Stahl mit einem Massenanteil $w = 50 \text{ ppm}$ Wasserstoff werde mit einer Schmelzrate $s = 0,02 \text{ kg min}^{-1}$ in einem Vakuumofen abgeschmolzen. Wird beim Schmelzvorgang aller Wasserstoff frei, so ist der abzupumpende Wasserstoff-Massenstrom

$$q_m = \dot{m} = s \cdot w = 0,02 \frac{\text{kg}}{\text{min}} \cdot 50 \cdot 10^{-6} = \frac{10^{-6} \text{ kg}}{60 \text{ s}} = 1,67 \cdot 10^{-8} \text{ kg s}^{-1}$$

Dies entspricht nach der Zustandsgleichung Gl. 19 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“ bzw. Gl. 14 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“ einem $p \cdot V$ -Gasstrom

$$q_{pV} = \frac{\dot{m}}{M_{\text{molar}}} \cdot R \cdot T$$

Mit $M_{\text{molar}} = 2 \text{ kg} \cdot \text{kmol}^{-1}$ für H_2 , $R = 83,14 \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ und $T = 293 \text{ K}$ ($\vartheta = 20^\circ\text{C}$) ergibt sich

$$\begin{aligned} q_{pV, \text{prozess}} &= \frac{1,67 \cdot 10^{-8} \text{ kg} \cdot \text{s}^{-1} \cdot 83,14 \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 293 \text{ K}}{2 \text{ kg} \cdot \text{mol}^{-1}} \\ &= 2,03 \cdot 10^{-1} \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1} \end{aligned}$$

Soll während des Prozessablaufs der Arbeitsdruck $P_{\text{arb}} = 1 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$ aufrechterhalten werden, so ist dazu nach Gl. 3 ein wirksames Saugvermögen

$$S_{\text{eff}} = \frac{q_{pV, \text{prozess}}}{P_{\text{arb}}} = \frac{2,03 \cdot 10^{-1} \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1}}{1 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}} = 2030 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$$

erforderlich. Wird dagegen während des gleichen Prozessablaufs der Arbeitsdruck $P_{\text{arb}} = 1 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$ verlangt, so erfordert dies ein wirksames Saugvermögen

$$S_{\text{eff}} = \frac{2,03 \cdot 10^{-1} \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1}}{1 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}} \approx 2 \cdot 10^5 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$$

Solange sich in einem Rezipienten oder in einer Anlage verdampfbare Substanzen befinden, deren Dampfdruck höher als der gewünschte Enddruck ist, wird der Druck in der Apparatur einerseits durch deren Verdampfungsstrom q_V (Gl. 27 in ► Abschn. 4 in Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“), andererseits durch das effektive Saugvermögen S_{eff} der Pumpenanordnung bestimmt. Ist $q_V \gg S_{\text{eff}}$, so herrscht in der Apparatur bis zur völligen Verdampfung der Substanz ein Druck, der nur unwesentlich kleiner als der Sättigungsdampfdruck p_s der Substanz ist. Andernfalls wird sich ein Druck $p < p_s$ einstellen, der sich aus einer Gleichung berechnen lässt, in der die Änderung der im Rezipienten enthaltenen Dampfmenge gleich der Differenz von Verdampfungsstrom q_V und Pumpstrom S_{eff} gesetzt wird. Wasser hat nach ► Tab. 5 in Kap. 5, „Reale Gase und Dämpfe“ bei Zimmertemperatur $\vartheta = 20^\circ\text{C}$ den Sättigungsdampfdruck $p_s = 23,35 \text{ mbar}$. Befindet sich also in einem Behälter bei Zimmertemperatur noch Wasser in Form verteilter Flüssigkeit oder in Form einer Wasserhaut an den Wänden, so erreicht man beim Evakuieren zunächst keinen wesentlich kleineren Druck als 23,4 mbar. Erst wenn durch das laufende Abpumpen des Wasserdampfes eine Trocknung des Behälterinnern erreicht ist, strebt der Druck dem durch andere Begrenzungseffekte bedingten Endwert zu.

Der Verdampfungsprozess entzieht dem Wasser Wärme, was zu einer Abkühlung, einer daraus resultierenden Verringerung des Dampfdrucks und einer dementsprechenden Vergrößerung der Verdampfungszeit führt.

Beispiel 3

Aus $m = 1 \text{ g}$ Wasser wird bei der Abkühlung von $\vartheta = 20^\circ\text{C}$ auf $\vartheta = 0^\circ\text{C}$, also um $\Delta T = \Delta\vartheta = 20 \text{ K}$ die Wärmemenge $\Delta Q = m \cdot c_p \cdot \Delta T$ frei, wobei $c_p \approx 4,2 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ die spezifische Wärmekapazität des Wassers ist. Mit $\Delta Q = 1 \text{ g} \cdot 4,2 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 20 \text{ K} = 84 \text{ J}$ können aber nur $m' = \Delta Q / \Lambda_v = 84 \text{ J} / 2500 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1} = 3,4 \cdot 10^{-2} \text{ g}$, also nur 3,4 % des Wassers verdampft werden. Dabei ist der Sättigungsdampfdruck von $p_{d,s} = 23,3 \text{ mbar}$ auf $p_{d,s} = 6,1 \text{ mbar}$ gesunken. Nun gefriert das Wasser, wobei $\Delta Q' = (m - m') \Lambda_s$ mit Λ_s = Schmelzwärme frei wird, was zu einer Verdampfung von $m' = \Delta Q' / \Lambda_v \approx 1 \text{ g} \cdot 336 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1} / 2500 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1} \approx 0,14 \text{ g}$ Eis führt. Die weitere Verdampfung (Verdampfungswärme des Eises $\Lambda_{v,e} \approx 2900 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1}$) führt dann zu einer Abkühlung des Eises und einer damit verbundenen weiteren Verkleinerung des Dampfdrucks, den wir grob abschätzen:

Sollen $m''' = m - m'' = 0,86 \text{ g}$ Eis verdampft werden, so ist dazu die Wärmemenge $\Delta Q''' = 0,86 \text{ g} \cdot 2900 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1} = 2500 \text{ J}$ nötig. Nun ist aber die spezifische Wärmekapazität des Eises bei $\vartheta \approx 0^\circ\text{C}$: $c_p \approx 2 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ (sie nimmt bei tiefen Temperaturen weiter ab.). Bei der Verdampfung von 0,01 g des Eises würden sich 0,85 g um $\Delta T = 20 \text{ K}$ auf $\vartheta = -20^\circ\text{C}$ abkühlen, der Dampfdruck von $p_{d,s,eis}(0^\circ\text{C}) = 6,1 \text{ mbar}$ auf $p_{d,s,eis}(-20^\circ\text{C}) = 1 \text{ mbar}$ sinken. Ohne weitere Rechnung sieht man ein, dass ohne Wärmezufuhr aus der Umgebung durch Wärmeleitung und Wärmestrahlung oder durch gezielte Heizung eine Entfernung des Wassers aus dem Behälter beliebig lange Zeit dauern würde.

Im Grobvakuum beeinträchtigten Desorption (adsorbierte Gase) und Ausgasung (okkludierte Gase) die Pumpzeit und den Arbeitsdruck in der Regel nicht, im Feinvakuum ist deren Einfluss im Allgemeinen gering. Im Hochvakuum beeinträchtigt die Ausgasung das Erreichen der Arbeitsdrücke und vor allem die Pumpzeiten ganz erheblich. Im Ultrahochvakuum hingegen bleibt zum Erreichen extrem kleiner Drücke nichts anderes übrig, als die Adsorbate und vor allem die okkludierten Gase so weit und so schnell wie möglich zu entfernen und damit deren Restgasströme unter den Störwert herabzusetzen. Die Ausgasungsstromdichte „sauberer“ Metall-, Glas- und Keramik-Oberflächen liegt bei Zimmertemperatur nach einer Stunde Pumpzeit in der Größenordnung (Abb. 7, ► Abschn. 3.3 in Kap. 31, „Werkstoffe in der Vakuumtechnik“)

$$j_{pV, \text{aus}} \approx 10^{-4} \text{ mbarLs}^{-1}\text{m}^2 (10^{-2} \text{ PaLs}^{-1}\text{m}^2)$$

Beträgt die ausgasende Fläche $A = 1 \text{ m}^2$, so ergibt sich aus diesem Wert mit Hilfe von Gl. 1 das für einen vorgegebenen Arbeitsdruck mindestens nötige Saugvermögen zu

$$\begin{aligned} p_{\text{bas}} &= 10^{-7} \text{ mbar } (10^{-5} \text{ Pa}) & S_{\text{eff}} &= 10^3 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1} \\ p_{\text{bas}} &= 10^{-9} \text{ mbar } (10^{-7} \text{ Pa}) & S_{\text{eff}} &= 10^5 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1} \\ p_{\text{bas}} &= 10^{-11} \text{ mbar } (10^{-9} \text{ Pa}) & S_{\text{eff}} &= 10^7 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1} \end{aligned}$$

Man erkennt daraus die Bedeutung des Ausheizens, weil ohne diese Prozedur unwirtschaftlich große Pumpen installiert werden müssten.

Der Permeationsgasstrom, der bei Raumtemperatur durch Wände aus Metall, Glas oder Keramik in den Rezipienten eindringt, beeinträchtigt in der Regel den erreichbaren Basis- oder Enddruck nicht.

3 Druckregelung

Der Druck kann in einem Vakuumsystem auf zwei Arten geregelt werden [12]:

- durch den Gaseinlass
- durch das effektive Saugvermögen.

Die Druckregelung über den Gaseinlass hat den Vorteil, dass sich nicht gleichzeitig die Zeitkonstante $\tau = V/S_{\text{eff}}$ (siehe Beispiel 1) des Vakuumsystems ändert. Solch eine Änderung stellt hohe Anforderungen an einen Regler. Wenn das effektive Saugvermögen unverändert bleibt, hat dies auch den Vorteil, dass sich die Zusammensetzung und der Druck der Restgasanteile nicht verändert, was besonders wichtig ist, wenn diese den Prozess stören können. Bei Oberflächenprozessen (z. B. Verdampfungen) lässt sich jedoch der Gasstrom nicht verändern und die Regelung über das effektive Saugvermögen ist die einzige Möglichkeit. Auch bei Beschichtungsprozessen, bei denen die Stärke des Gasflusses, aber auch dessen relative Zusammensetzung aus mehreren Gasströmen (Trägergas, aktives Gas) konstant bleiben soll, wird das Saugvermögen geregelt.

Zur Druckregelung des Gaseinlasses benutzt man Dosierventile und Massenflussregler (mass flow controller). Letztere bestehen aus einem Gasflussmessgerät (► [Abschn. 6 in Kap. 24, „Vakummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“](#)) und einem Regelventil. In dem angegebenen Abschnitt wurde bereits erwähnt, dass die Linearität eines Gasflussmessgeräts Einschränkungen unterworfen ist. Mit Digitaltechnik und abgespeicherten Tabellenwerten kann dem nicht vollständig entgegengewirkt werden. Massenflussregler können in der Regel jedoch einfach zum Zwecke einer Kalibrierung, Reparatur oder Ersetzung ausgetauscht werden.

Die Druckregelung des effektiven Saugvermögens kann über die Pumpe selbst oder durch den Strömungswiderstand zwischen Prozesskammer und Vakuumpumpe durch ein Drosselventil erfolgen.

Die Regelung des Saugvermögens von Pumpen ist nur in bestimmten Druckbereichen und nur mit einigen Vakuumpumpen möglich. So können Membranpumpen, Turbomolekularpumpen, aber vor allem Wälzkolbenpumpen durch Veränderung der Drehzahl im Saugvermögen angepasst werden. Die Einstellzeiten sind in der Regel langsam, so dass die Regelung nur bei Prozessen in Frage kommt, in denen die Änderungen nicht so zeitkritisch sind.

Werden Drosselventile zur Regelung eingesetzt, ist zu beachten, dass sich das effektive Saugvermögen aus drei Anteilen, dem Leitwert der Drossel C_{Drossel} , dem Leitwert der Rohre zur Pumpe, und dem reinen Saugvermögen der Pumpe S_0 zusammensetzt:

$$\frac{1}{S_{\text{eff}}} = \frac{1}{S_0} + \frac{1}{C_{\text{Rohr}}} + \frac{1}{C_{\text{Drossel}}} \quad (11)$$

Dadurch ist bei gegebenem $q_{pV, \text{prozess}}$ der kleinste regelbare Druck $p_{\min} = q_{pV, \text{prozess}}/S_{\text{eff}}$ bestimmt. Der größte maximale Regeldruck ist durch den Leitwert der Drossel in der Nähe ihrer vakuumdichten (so vorhanden) Position begrenzt. Als Drosselventile werden Irisblenden, welche in der geschlossenen Stellung nicht vakuumdicht sind, Schmetterlingsventile (butterfly-valve), Schieberventile und Chevronblenden mit veränderlichen Winkeln der Blätter eingesetzt. Die Linearisierung der Leitwerte ist bei den Ventilen unterschiedlich schwierig und wird durch ein geeignetes Getriebe zwischen Motor und Ventilmechanik erreicht.

Literatur

1. AS-International Association.: Vernetzung in der Automation; Die einfache Lösung mit System, Publication. <http://www.as-interface.net> (2017-09-18)
2. Wellenreuther, G., Zastrow, D.: Automatisieren mit SPS, Theorie und Praxis. Vieweg Verlag, Wiesbaden (2002)
3. Moyne, J.R., Najaf, N., Judd D., Stock, A.: Analysis of sensor/Actuator bus interoperability standard alternatives for semiconductor manufacturing. Sensors expo conference proceedings, Celveland, OH, September (1994)
4. Profibus International.: Profibus Technologie und Anwendung, Systembeschreibung. <http://www.profibus.com> (2017-09-18)
5. Profibus International.: Profinet Technologie und Anwendung, Systembeschreibung. <http://www.profibus.com/libraries.html> (2002)
6. SEMI Standards SEMI E30 Generic Model for Communications and Control of Manufacturing Equipment (GEM) (2007)
7. SEMI Standards SEMI E37 High-Speed Message Services (HSMS) Generic Services (2008)
8. L. Eriksson, Umetrics, A.B.: Multi- and megavariate data analysis, principles and applications. Umetrics Academy (2001)
9. Hauer, V., Day, C.: Conductance modelling of ITER vacuum systems. Fusion. Eng. Des. ISBN 919737301X **84**, 903 (2009)
10. Reid, R.J.: Vacuum calculations for large vacuum systems. Vacuum **43**, 31 (1992)
11. Ohta, S., Yoshimura, N., Hirano, H.: Resistor network simulation method for a vacuum system in a molecular flow region. J. Vac. Sci. Technol. A **1**, 84 (1983)
12. Pöcheim, N.: Druckregelung in Vakuumsystemen. Vak. Forsch. Prax. **7**(1), 39 (1995)



Arbeitstechnik im Grob- und Feinvakuum

35

Karl Jousten

Zusammenfassung

Im Grob- und Feinvakuum sind die Ansprüche an die Materialien hinsichtlich Ausgasung, Desorption, Permeation und Leckrate gering. Es genügt die Verwendung von Elastomeren als Dichtmaterialien. Im Vordergrund steht die mechanische Stabilität der Behälter.

1 Überblick

Zahlreiche vor allem industrielle Vakuumverfahren werden im Grobvakuum durchgeführt; dies sind z. B. das Spannen, Halten, Transportieren und Sortieren kleiner oder auch großer, flächiger Werkstücke, das Umfüllen von Flüssigkeiten, das Tiefziehen von Kunststoffteilen, das Trocknen, Imprägnieren, Verdampfen und Kondensieren, das Abpacken und Verpacken von Lebens- und Genussmitteln wie Fleisch, Obst, Kaffee usw. Auch Stückgut wird in zunehmendem Maße unter Zuhilfenahme des Grobvakuums verpackt.

Viele dieser Verfahren nützen durch Erzeugen einer Druckdifferenz Δp den Luftdruck der Atmosphäre zur Durchführung des Verfahrens aus. Bei anderen Verfahren kommt es darauf an, den Sauerstoff- und/oder Feuchtigkeitsgehalt der Luft hinreichend zu verringern, ohne dass extreme Vakua erforderlich sind. In allen Fällen ist auf die mechanische Beanspruchung des meist metallischen Vakuumbehälters (Kessels) zu achten (► Kap. 33, „*Bauelemente der Vakuumtechnik*“). Die Beanspruchung kann den außen herrschenden Luftdruck von etwa 1 bar nicht überschreiten.

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

Beispiel 1

Eine Schaufelstierscheibe mit dem Gewicht $G = 2000 \text{ kg}$ – dies entspräche einer quadratischen Scheibe von 6 m Länge und 2 cm Dicke – soll mit Hilfe einer Evakuierungsvorrichtung von einem Stapel abgehoben und zu einer Bearbeitungsmaschine transportiert werden (Vakuumheber). Die Ansaughaube (Abb. 1) soll mit einer Vakuumpumpe vom Nennsaugvermögen $S_n = 30 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1} = 8,3 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$ in $\Delta t = 5 \text{ s}$ (Ansaugtakt) auf eine Druckdifferenz $p_a - p_i = 900 \text{ mbar}$ ausgepumpt werden. Damit sie unter diesen Bedingungen die Scheibe anheben kann, muss sie einen Mindest-Innendurchmesser haben, der sich aus der Gleichgewichtsbedingung ($F_G = \text{Gewichtskraft}$)

$$p_a - p_i \frac{d_i^2 \pi}{4} = F_G = 2000 \text{ kg} \cdot 9,81 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2} = 9 \cdot 10^4 \text{ Pa} \cdot \frac{\pi}{4} \cdot d_i^2$$

zu $d_i = 0,53 \text{ m}$ ergibt. Man wird also praktisch mindestens $d_i = 0,6 \text{ m}$ wählen.

Die Auspumpzeit eines Behälters vom Volumen V durch eine Pumpe mit dem Saugvermögen S_{eff} ist durch Gl. 6 gegeben

$$t_p = \frac{V}{S_{\text{eff}}} \cdot \ln \frac{p_1}{p_2}$$

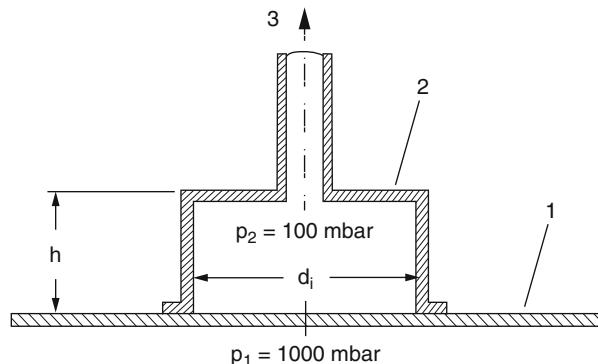
Setzt man $S_{\text{eff}} = 0,5 S_n$ an, so erhält man für das Volumen der Ansaughaube

$$\begin{aligned} V &= S_{\text{eff}} \cdot t_p / \ln \frac{p_1}{p_2} = 0,5 \cdot 8,3 \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1} \cdot 5 \text{ s} / \ln \frac{1000 \text{ mbar}}{100 \text{ mbar}} \\ &= 9\text{L} = 9 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3 \end{aligned}$$

Daraus ergibt sich die Höhe der Ansaughaube, deren Innenfläche $A = d_i^2 \cdot \pi / 4 = 0,283 \text{ m}^2$ ist, zu $h = V/A = 9 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3 / 0,283 \text{ m}^2 = 31,8 \cdot 10^{-3} \text{ m} = 32 \text{ mm}$.

Die Rechnungen in Beispiel 1 setzen voraus, dass die Evakuierungsvorrichtung dicht gegen die umgebende Atmosphäre ist. In der Praxis lässt sich das wegen der unvermeidlichen Rauigkeit und Verschmutzung der Oberfläche des Transportgutes

Abb. 1 Evakuierbare Hebevorrichtung: 1 Zu hebender Gegenstand (Glasscheibe), 2 Ansaughaube, 3 Anschluss an die Vakuumpumpe



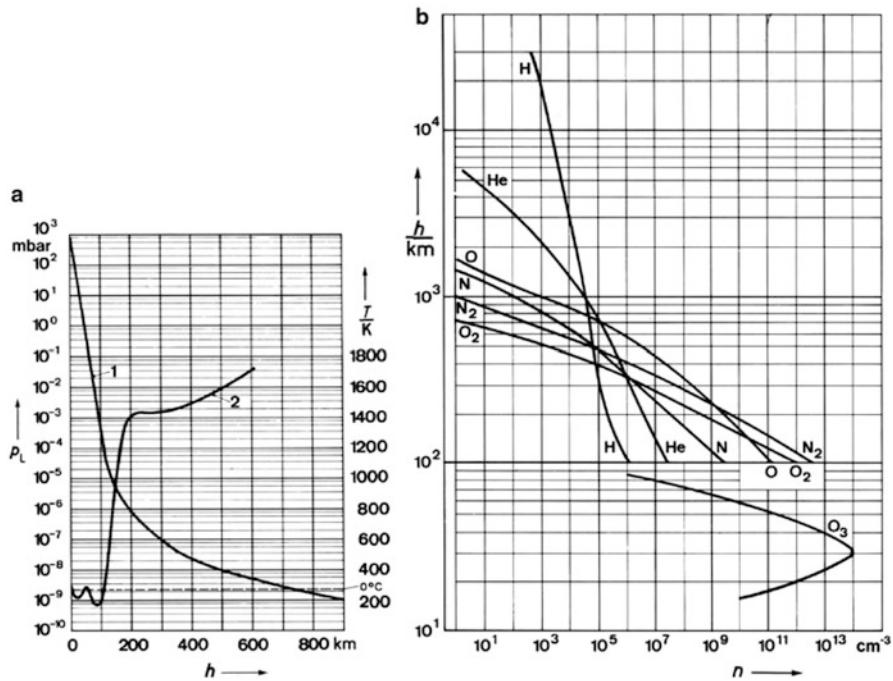


Abb. 2 Normatmosphäre: **a** Abnahme des Luftdrucks p_L (1) und Änderung der Temperatur T (2) mit der Entfernung h von der Erdoberfläche. Beachte: Die Temperaturskala ist linear. (Richtwerte: International festgelegte Werte sind ISO DIN 2533 zu entnehmen!) **b** Normatmosphäre: Änderung der Gaszusammensetzung mit der Entfernung h von der Erdoberfläche. n = Teilchenanzahl dichte

nur selten verwirklichen, so dass ein gewisser Leckgasstrom auftritt, der bei der Dimensionierung zu berücksichtigen ist. Weiterhin ist zu beachten, dass infolge des Widerstands der Ansaugleitung ► Abschn. 1.2 im Kap. 6, „Strömung von Gasen“ an der Ansaughaube nicht das volle Saugvermögen der Pumpe zur Verfügung steht. (Dies wurde im Beispiel pauschal durch einen Faktor 0,5 berücksichtigt, ist aber im Einzelfall zu untersuchen.) Beide Effekte verlängern die Taktzeiten. Ferner muss dafür gesorgt werden, dass der Unterdruck in der Evakuierungsvorrichtung während der Dauer des Transportweges erhalten bleibt. Dies kann durch ein in der Ansaugleitung angebrachtes Sicherheitsventil auf einfache Weise geschehen. Generell ist bei allen Einrichtungen, die den Atmosphärendruck zur Bildung von Druckdifferenzen ausnutzen, die Abnahme des Luftdrucks mit der Höhe (Abb. 2) zu berücksichtigen.

2 Aufbau einer Grobvakuum anlage oder -apparatur

Die Anforderungen, die an die Dichtheit und Gasabgabe einer Grobvakuum anlage gestellt werden, sind vakuumtechnisch gesehen verhältnismäßig gering. Es können daher Bauelemente verwendet werden, die diesen geringen Anforderungen genügen. Die Verbindung einzelner Bauelemente untereinander erfolgt häufig mittels

Verschraubungen, die mit Teflonband gedichtet sind. Als Absperrorgane werden Ventile verwendet, wie sie unter anderem in normalen Gasleitungen üblich sind. Um sich jedoch vor unliebsamen Überraschungen und dem damit verbundenen Zeitverlust zu schützen, wird angeraten, auch im Grobvakuum alle Verbindungen mit Vakuumflanschen und Elastomerdichtungen zu versehen und Drehdurchführungen mit Wellendichtungen (Simmerringen) oder Hutmanschetten abzudichten.

3 Pumpen, Art und Saugvermögen

Zum Erzeugen von Grobvakuum stehen die in Tab. 1 gelisteten Pumpen zur Verfügung. Die Ausführung und Einsatzart von Pumpen hängt von den jeweiligen Betriebsaufgaben, -bedingungen und der Wirtschaftlichkeit ab.

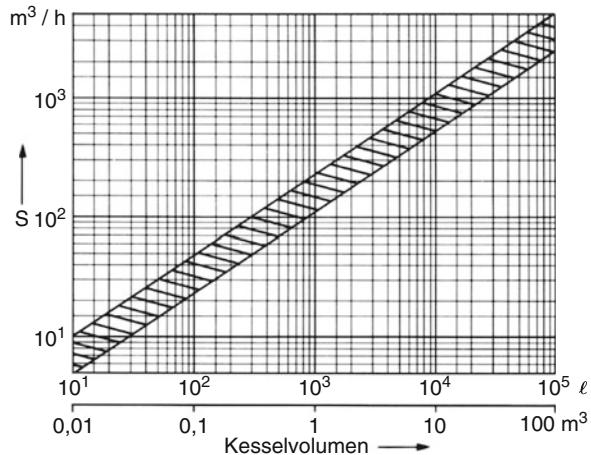
Als grobe, aber keineswegs zwingende Richtlinie zur Pumpenwahl unterscheidet man zwischen Arbeitsdrücken $p_{\text{arb}} < 50 \text{ mbar}$ und $p_{\text{arb}} > 50 \text{ mbar}$. Bei $p_{\text{arb}} \geq 50 \text{ mbar}$ werden vorzugsweise Flüssigkeits-(Wasser-)Ring-Vakuumpumpen und trockenlaufende Vielzellenpumpen, bei $p_{\text{arb}} < 50 \text{ mbar}$ ölgedichtete Dreh- und Sperrschieberpumpen verwendet. In beiden Bereichen kommen Schraubenpumpen und Dampfstrahl-Vakuumpumpen zum Einsatz. Wälzkolbenpumpen (meist in Kombination mit ölgedichteten Rotationsvakuumpumpen) spielen in der Grobvakuumtechnik nur fallweise (z. B. beim Anfallen erheblicher Prozessgasmengen bei niedrigen Arbeitsdrücken von etwa 10 mbar) eine Rolle.

Welches Saugvermögen an einer Vakuumapparatur oder Vakumanlage anzuwenden ist, richtet sich nach dem geforderten Arbeitsdruck, der Auspumpzeit, den beim Prozess anfallenden Gas- und Dampfmengen und dem Leckgasstrom. Ist der Gas- oder Dampfanfall, der bei der Durchführung des Vakuumprozesses auftritt, nicht bekannt, so bewährt es sich vielfach, ein Saugvermögen entsprechend Abb. 3 zu wählen. Es sei aber ausdrücklich darauf hingewiesen, dass es sich bei den in Abb. 3 angegebenen Werten um Erfahrungswerte handelt, die nur einen Anhalt geben können. Insbesondere bei Kesselvolumina $V < 100 \text{ L}$ und im

Tab. 1 Saugvermögensbereiche handelsüblicher Vakuumpumpen zum Erzeugen von Grobvakuum

Pumpenart	Saugvermögensbereich
Membranpumpe	1–20 m^3/h
Trockene Klauenpumpe	40–1000 m^3/h
Scroll-Pumpe (Spiralpumpe)	1–35 m^3/h
Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe	10–20.000 m^3/h
Vielzellenpumpe	1–5000 m^3/h
Drehschieberpumpe	1–1600 m^3/h
Sperrschieberpumpe	100–500 m^3/h
Schraubenpumpe	70–7000 m^3/h
Dampfstrahlpumpe	20–10 ⁵ m^3/h

Abb. 3 Für Arbeiten im Grobvakuum (und Feinvakuum) am Vakuumkessel vorzusehendes effektives Saugvermögen S_{eff} in Abhängigkeit vom Kesselvolumen (Richtwerte)



Grobvakuum kommt man oft auch mit kleineren Saugvermögen aus als Abb. 3 angibt. Bei der Pumpeninstallation muss auf ausreichende Dimensionierung der Rohrleitungen geachtet werden (s. ► Kap. 10, „Strömung von Gasen durch Rohre und Blenden“).

4 Pumpstände für Grobvakuum

Aus den vielseitigen Anwendungen der Vakuumtechnik in Industrie und Forschung ergeben sich sehr unterschiedliche Forderungen, die an Pumpsysteme und Vakuumapparaturen gestellt werden. So sollen z. B. Saugvermögen und Arbeitsdruck schon aus rein wirtschaftlichen Gründen möglichst optimal auf den durchzuführenden Prozess abgestimmt sein.

Um dem Anwender die Auswahl und Zusammenstellung von Pumpen zu erleichtern, hat die Vakuum-Industrie Pumpsysteme entwickelt, die unter dem Sammelnamen „Pumpstände“ in den Fabrikationsprogrammen enthalten sind. Durch Ergänzungen mit Standardzubehör können derartige Pumpstände leicht allen speziellen Forderungen angepasst werden. Abb. 4 zeigt als Beispiel einen Grobvakuumpumpstand, der an einer kleineren, nicht kontinuierlich arbeitenden Anlage (Batch-Betrieb) zur Herstellung von Polyester eingesetzt wird. Er besteht aus zwei hintereinander geschalteten Wälzkolbenpumpen und einer Flüssigkeitsringpumpe.

In Abb. 5 sind die für diesen Pumpstand charakteristischen Werte des Saugvermögens S in Abhängigkeit vom Ansaugdruck p_A angegeben. Der niedrigste Ansaugdruck beträgt 40 mbar. In kontinuierlich arbeitenden, größeren Anlagen zur Polyester-Herstellung werden zur Vakuumerzeugung meist Dampfstrahlpumpen eingesetzt.

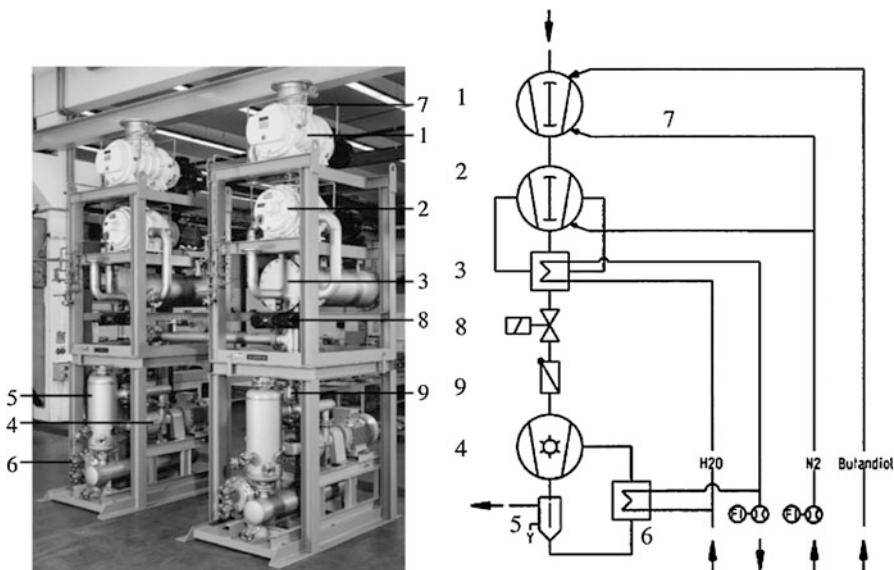


Abb. 4 **a** Grobvakuumpumpstand zur Herstellung von Polyester. (Hauptabmessung $B \times T \times H$: 4350 mm \times 2500 mm \times 1200 mm). 1 Wälzkolbenpumpe 1 ($S_n = 4000 \text{ m}^3/\text{h}$), 2 Wälzkolbenpumpe 2, gasgekühlt ($S_n = 3000 \text{ m}^3/\text{h}$), 3 Gaskühler zu 2, 4 Flüssigkeitsringpumpe ($S_n = 800 \text{ m}^3/\text{h}$), 5 Abscheider zu 4, 6 Rohrbündelkühler zu 4, 7 Sperrgasverrohrung, 8 Absperrklappe, 9 Rückenschlagklappe. **b** Schema des Pumpstandes

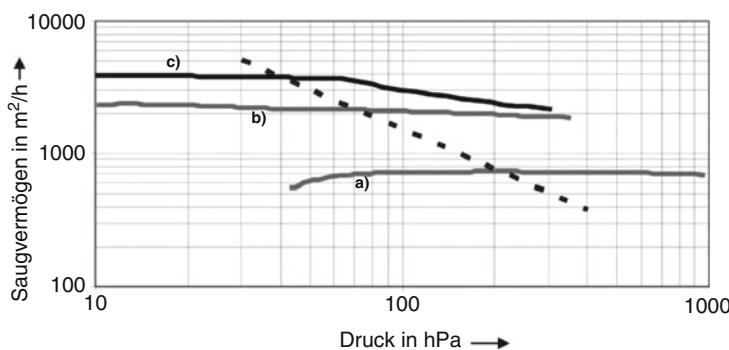


Abb. 5 Saugvermögenskurven des Grobvakuumpumpstandes in Abb. 4 **a** Flüssigkeitsringpumpe, **b** Wälzkolbenpumpe 2 + Flüssigkeitsringpumpe, **c** Wälzkolbenpumpe 1 + Wälzkolbenpumpe 2 + Flüssigkeitsringpumpe. Die gestrichelte Linie zeigt den Auslegungspunkt des Pumpstandes

5 Dichtungen

Im Grob- und Feinvakuum werden als Dichtungsmaterial vor allem „Elastomere“ verwendet. Bei allen Elastomeren ist die hohe Gasabgabe (Abb. 6 und 8, ▶ Abschn. 2 und ▶ 3 in Kap. 31, „Werkstoffe in der Vakuumtechnik“) und Gasdurchlässigkeit,

vor allem für Helium, zu berücksichtigen. Daraus ergibt sich die Grundregel, die Verwendung von Elastomeren in Vakuumapparaturen und -anlagen zu minimieren. Bei der Konstruktion einer Elastomerabdichtung muss darauf geachtet werden, dass sowohl die dem hohen Druck als auch die dem niedrigen Druck ausgesetzte Oberfläche des gummielastischen Werkstoffs möglichst klein ist. Darüber hinaus empfiehlt es sich, Elastomere vor dem Einbau bei etwa 60 °C zu „trocknen“.

Dichtringe aus Elastomeren sind begrenzt wieder verwendbar. Da sie im Laufe der Zeit erhärten, ist ein hoher Anpressdruck erforderlich, um mit alten Dichtringen eine einwandfreie Abdichtung zu erzielen. Verhärtete Dichtringe sollten nicht wieder verwendet werden. In Ausnahmefällen kann durch äußeres Einfetten mit einem geeigneten Hochvakuumfett bei geringerer mechanischer Beanspruchung eines verhärteten Dichtrings meist noch eine ausreichende Abdichtung erreicht werden.

6 Druckmessung im Grobvakuum

Im Grobvakuum werden meist mechanisch arbeitende Messgeräte (► Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“), z. B. Membranvakuummeter verwendet, die in verschiedenen Ausführungen auf dem Markt sind. Vakuummeter auf mechanischer Grundlage haben eine im Grobvakuum von der Gas- bzw. Dampfart unabhängige Anzeige.

7 Druck und Auspumpzeit im Grobvakuum

Zur Berechnung der Auspumpzeit t_p , die nötig ist, um mit einer Pumpe vom Saugvermögen S bzw. – falls eine Pumpleitung mit nicht vernachlässigbarem Widerstand (► Abschn. 1.2 in Kap. 6, „Strömung von Gasen“) zwischen Pumpe und Behälter vorhanden ist – vom effektiven Saugvermögen S_{eff} einen Behälter mit dem Volumen V vom Anfangsdruck p_0 ($t = 0$) auf einen gewünschten Druck $p(t)$ auszupumpen, muss man die Einströmung durch Undichtheiten, Permeation, Ausgasung, Verdampfung und Gas- und Dampfabgabe beim Prozess

$$q_{pV,\text{ein}} = q_{pV,\text{leck}} + q_{pV,\text{perm}} + q_{pV,\text{aus}} + q_{pV,\text{verd}} + q_{pV,\text{prozess}} \quad (1)$$

kennen. Dann gilt in jedem Augenblick die Bedingung, dass die zeitliche Änderung der im Behälter enthaltenen ($p V$)-Menge $d(p V)/dt$ gleich dem Einstrom $q_{pV,\text{ein}}$ minus dem Ausstrom $q_{pV,\text{aus}} = p \cdot S_{\text{eff}}$ ist, also, weil $V = \text{const}$,

$$\frac{d(pV)}{dt} = V \cdot \frac{dp}{dt} = q_{pV,\text{ein}} - p \cdot S_{\text{eff}} \quad (2)$$

Nun ist S bzw. S_{eff} meist druckabhängig. Im Bereich niedriger Drücke – unterhalb des zum (häufig konstanten) maximalen Saugvermögen S_{max} gehörenden Drucks – wird die geförderte Gasmenge $p \cdot S_{\text{max}}$ durch Rückströmung aus dem Verdichtungsraum und Lecks vermindert, so dass annähernd

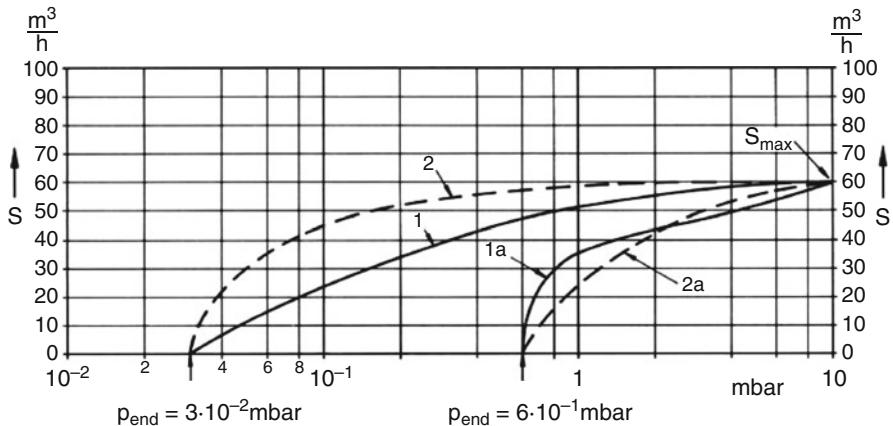


Abb. 6 Saugvermögenskurve einer zweistufigen Verdrängervakuumpumpe mit dem Nennsaugvermögen $S_n = 60 \text{ m}^3/\text{h}$. Gemessen: Kurve 1 ohne Gasballast, Kurve 1a mit Gasballast. Berechnet nach Gl. 4a: Kurve 2 ohne Gasballast, Kurve 2a mit Gasballast. Der Rechnung liegen die Enddrücke $p_{\text{end}} = 3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$ (ohne Gasballast) und $p_{\text{end}} = 6 \cdot 10^{-1} \text{ mbar}$ (mit Gasballast) zugrunde

$$p \cdot S = p \cdot S_{\max} - q_{pV,\text{rück+L}} \quad (3)$$

gesetzt werden kann. Ist $p \cdot S_{\max} = q_{pV,\text{rück+L}}$, so wird $S = 0$, der Enddruck der Anlage ist erreicht:

$$p_{\text{end,P}} \cdot S_{\max} = q_{qV,\text{rück+L}}$$

Setzt man dies in Gl. 3 ein, so ergibt sich für die Druckabhängigkeit des Saugvermögens bei kleinen Drücken die näherungsweise gültige Gleichung

$$S = S_{\max} \left(1 - \frac{p_{\text{end,P}}}{p} \right) \quad \text{bzw.} \quad (4)$$

$$S_{\text{eff}} = S_{\text{eff,max}} \left(1 - \frac{p_{\text{end,P}}}{p} \right). \quad (5)$$

In Abb. 6 ist die Güte dieser Näherung gezeigt; wendet man sie in Fällen, in denen der Pumpleitungsleitwert in der Größenordnung des Saugvermögens der Pumpe liegt, auch auf S_{eff} an (Gl. 5), so bleibt der Fehler in der gleichen Größenordnung. Setzt man den Zusammenhang $S_{\text{eff}}(p)$ nach Gl. 5 in die Differentialgleichung Gl. 2 ein, so findet man unter der Annahme, dass $q_{pV,\text{ein}}$ zeitlich konstant ist, als Lösung mit der oben genannten Anfangsbedingung $p = p_0$ für $t = 0$

$$p = p_0 \exp \left(-\frac{S_{\text{eff,max}}}{V} \cdot t \right) + \left(\frac{q_{pV,\text{ein}}}{S_{\text{eff,max}}} + p_{\text{end,P}} \right) \left(1 - \exp -\frac{S_{\text{eff,max}}}{V} \cdot t \right) \quad (6)$$

Der Druck im Behälter nimmt also exponentiell ab, nach „unendlich langer“ Pumpzeit erreicht er den Endwert (Arbeitsenddruck).

$$p_{B,\text{end},A} = p_{\text{end},P} + \frac{q_{pV,\text{ein}}}{S_{\text{eff,max}}} \quad (7)$$

Im Fall einer sauberen und vakuumdichten Apparatur, in der kein gasabgebender Prozess abläuft ($q_{pV,\text{ein}} = 0$), ist der im Kessel erreichbare Enddruck gleich dem Enddruck der Vakuumpumpe ($p_{B,\text{end},A} = p_{\text{end},P}$).

Aus Gl. 7 erkennt man, dass die die zeitliche Abnahme bestimmende Größe, die sogenannte e-Werts-Zeit oder Zeitkonstante

$$\tau = \frac{V}{S_{\text{eff,max}}} \quad (8)$$

ist. Für $t = \tau$ wird $\exp(-S_{\text{eff,max}} \cdot t/V) = \exp(-t/\tau) = e^{-1} = 0,368$. Entsprechend wird für $t = 3\tau$ dann $\exp(-3) = 0,050 = 5\%$, $t = 4\tau$: $\exp(-4) = 0,018 = 1,8\%$ und für $t = 5\tau$, $\exp(-5) = 0,007 = 0,7\%$.

Damit lässt sich schnell abschätzen, nach welcher Zeit der Enddruck (Gl. 1) bis auf einige Prozent erreicht ist. Löst man Gl. 2, ► Abschn. 2 in Kap. 34, „Berechnung und Regelung von Vakumsystemen“ nach t auf, so erhält man für die Pumpzeit vom Druck p_0 auf den Druck p mit Gl. 8

$$t_p = \tau \cdot \ln \frac{p_0 - p_{\text{end},P} - \frac{q_{pV,\text{ein}}}{S_{\text{eff,max}}}}{p - p_{\text{end},P} - \frac{q_{pV,\text{ein}}}{S_{\text{eff,max}}}} \quad (9)$$

Meist genügt es im Grobvakuum, die Pumpzeit nach der Gleichung

$$t_p = \tau \cdot \ln \frac{p_0}{p} = \frac{V}{S_{\text{eff,max}}} \cdot \ln \frac{p_0}{p} \quad (10)$$

abzuschätzen.

Die Voraussetzungen für die Gültigkeit der Gl. 9 bzw. 10 sind eine betriebswarme Pumpe (70–80 °C) und Totaldruckmessung. Für Gl. 10 tritt noch die Forderung nach

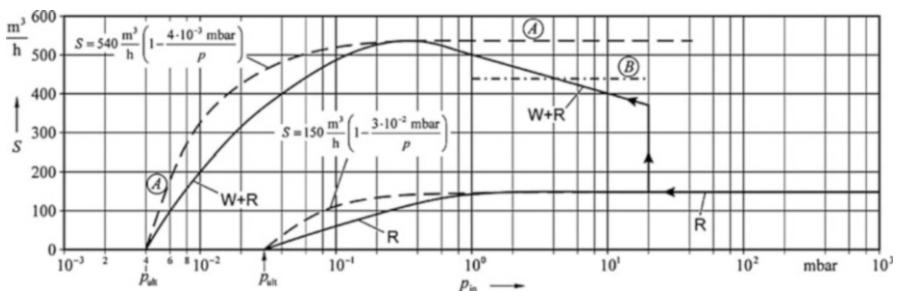


Abb. 7 Saugvermögenskurven einer Rotationspumpe (R) und einer Kombination aus Wälzkolben- und Rotationspumpe. Ausgezogen: Messkurven. Gestrichelt: Berechnet nach Gl. 4). p_A Druck am Ansaugstutzen. B praktischer Mittelwert. Der theoretische Wert A ist zu groß

einem trockenen und sauberen Behälter, der mit Atmosphärenluft belüftet war, hinzu. In der Praxis wird man zur Sicherheit einen Zuschlag von 20 % zu den errechneten Werten von t_p geben.

Beispiel 2

Eine saubere und trockene Vakuumanlage mit dem Volumen $V = 1000 \text{ L}$ wird durch eine direkt angeschlossene ($S_{\text{eff}} = S$) Pumpenkombination, bestehend aus einer ölgedichteten Rotationspumpe R (ohne Gasballast betrieben) und einer Wälzkolbenpumpe W, vom Atmosphärendruck $p_0 = 1013 \text{ mbar}$ bis zum Arbeitsdruck $p_{\text{arb}} = p_1 = 1 \text{ mbar}$ evakuiert. Der Einschaltdruck der Wälzkolbenpumpe liegt bei $p_{W,\text{ein}} = 20 \text{ mbar}$. Die Leckrate der Anlage sei $q_L = 10^{-1} \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1}$. Zur Berechnung der Auspumpzeit t_p sind folgende Daten der Rotationspumpe R und der Kombination W+R erforderlich (siehe auch Abb. 7):

Rotationspumpe R

$$S_{\max} = 150 \text{ m}^3/\text{h} = 41,7 \text{ L/s}, \quad p_{\text{end,P}} = 3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$$

Kombination W+R

$$S_{\max} = 540 \text{ m}^3/\text{h} = 150 \text{ L/s}, \quad p_{\text{end,P}} = 4 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$$

Die gemessenen Saugvermögens-Kennlinien, die der Berechnung zu Grunde zu legen sind, sind in Abb. 7 aufgetragen. Der Auspumpvorgang und dementsprechend die Berechnung der Auspumpzeit t_p erfolgt in zwei Schritten:

- Auspumpzeit t_{p1} zum Erreichen des Drucks $p_1 = 20 \text{ mbar}$, wobei nur die Rotationspumpe R arbeitet.
- Auspumpzeit t_{p2} zum Erreichen des Drucks $p_2 = 1 \text{ mbar}$, wobei im Druckbereich 20 mbar bis 1 mbar die Pumpenkombination W+R arbeitet.

Im ersten Schritt (Auspumpen von $p_0 = 1013 \text{ mbar}$ auf $p_1 = 20 \text{ mbar}$) ist nach Abb. 7 das Saugvermögen der Rotationspumpe R unabhängig vom Druck konstant $S = S_{\max} = 150 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$. Diese Tatsache kann – wie man an Gl. 3, ► Abschn. 2 in Kap. 34, „Berechnung und Regelung von Vakuumsystemen“ erkennt – dadurch berücksichtigt werden, dass man $p_{\text{end,P}} = 0$ setzt. Im zweiten Schritt (Auspumpen von $p_1 = 20 \text{ mbar}$ auf $p_2 = 1 \text{ mbar}$) steigt nach Abb. 7 das Saugvermögen der Kombination von $S(20 \text{ mbar}) = 375 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ logarithmisch in p auf $S(1 \text{ mbar}) = 500 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ an. Dieser Tatsache wird man dadurch Rechnung tragen, dass man mit einem mittleren konstanten Saugvermögen $S = 450 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1} = 125 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$ (Kurve B in Abb. 7) rechnet und dabei ebenfalls $p_{\text{end,P}} = 0$ setzt. Dann erhält man mit Hilfe von Gl. 8

$$\tau_1 = \frac{1000 \text{ L}}{41,7 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}} = 24 \text{ s} \quad \tau_1 = \frac{1000 \text{ L}}{125 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}} = 8 \text{ s}$$

und mit Gl. 4

$$t_{p,1} = 24 \text{ s} \cdot \ln \frac{\frac{1013 \text{ mbar} - 10^{-1} \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1}}{41,7 \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1}}}{\frac{20 \text{ mbar} - 10^{-1} \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1}}{41,7 \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1}}} = 24 \text{ s} \cdot 3,92 = 94,2 \text{ s}$$

$$t_{p,2} = 8 \text{ s} \cdot \ln \frac{20 \text{ mbar} - 7 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}}{1 \text{ mbar} - 7 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}} = 24 \text{ s}$$

Die gesamte Pumpzeit beträgt demnach

$$t_p = t_{p1} + t_{p2} = 118 \text{ s} \quad (\text{mal } 1,2 = 145 \text{ s})$$

Man vergesse dabei aber nicht die Zeit, die zum „Umschalten“ nötig ist. Würde man lediglich mit der Rotationspumpe R auspumpen, dann betrüge die berechnete Auspumpzeit von 1013 mbar bis 1 mbar $t_p = 166 \text{ s}$.

Das Beispiel zeigt auch, dass die angenommene Leckrate von $q_L = 10^{-1} \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1}$ auf die Auspumpzeit ohne Einfluss ist, solange man im Grobvakumbereich ist. Erst wesentlich größere Leckraten spielen hier eine Rolle. Ist die Pumpenkombination nicht direkt mit dem Vakuumkessel verbunden, sondern über eine Verbindungsleitung angeschlossen, so ist das am Kessel wirksame Saugvermögen S_{eff} nach (► Abschn. 1.2 in Kap. 6, „Strömung von Gasen“) zu berechnen. Zur bequemen Berechnung von Auspumpzeiten im Grobvakuum dient das Nomogramm Abb. 8.

Beispiel 3

zum Nomogramm Abb. 8

Ein Kessel mit dem Volumen $V = 2000 \text{ L}$ soll durch eine Sperrschieberpumpe mit dem am Kessel wirkenden Saugvermögen $S_{\text{eff,max}} = 60 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1} = 16,7 \text{ L s}^{-1}$ vom Druck $p_{\text{BEGINN}} = 1000 \text{ mbar}$ (Atmosphärendruck) auf den Druck $p_{\text{ENDE}} = 10^{-1} \text{ mbar}$ ausgepumpt werden. Die Auspumpzeit gewinnt man aus dem Nomogramm in zwei Schritten:

- Bestimmung von τ : Man legt durch $V = 2000 \text{ L}$ (Leiter 1) und $S_{\text{eff}} = 60 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1} = 16,7 \text{ L s}^{-1}$ (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).
- 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 ($q_{p,V,\text{ein}} = 0$ zu setzen); dann 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 $t_p = 1100 \text{ s} \approx 18,5 \text{ min}$ ab. (Wieder beträgt die relative Unsicherheit des

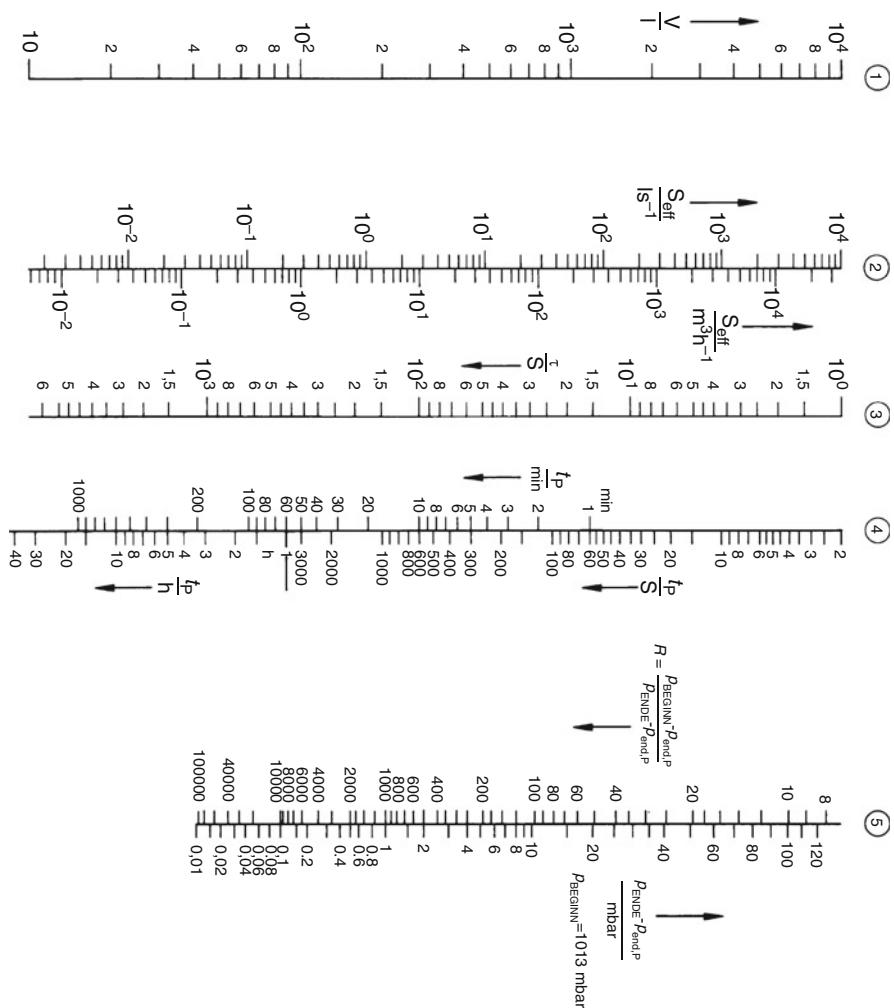


Abb. 8 Nomogramm zur Ermittlung der Auspumpzeit t_p eines Behälters im Grobvakumbereich

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.

8 Belüften

Die Zeit, die benötigt wird, um eine bis zu dem Druck p_2 evakuierte Vakuumapparatur wieder mit Luft von Atmosphärendruck zu füllen, heißt „Belüftungszeit“.

Aus Gl. 2 folgt für den Druckanstieg im Kessel bei abgestellter Pumpe, d. h. für $S_{\text{eff}} = 0$,

$$V \frac{dp}{dt} = q_{pV, \text{ein}} \quad (11)$$

Wird die Temperatur T des Gases im Kessel konstant gehalten, so ergibt sich für die Belüftungszeit von p_2 bis p_1 aus Gl. 11

$$t = \int_0^t dt = \int_{p_2}^{p_1} \frac{V dp}{q_{pV, \text{ein}}}$$

Bis zum Erreichen des kritischen Drucks p_2^* , der durch Gl. 58, ► Abschn. 2 in Kap. 7, „Viskose Strömung verdünnter Gase“ gegeben ist, also von $p_2 < p_2^*$ bis p_2^* , bleibt der einströmende Gasstrom konstant, so dass die Ausrechnung des Teilintegrals leicht möglich ist. Sobald der Druck im Kessel den kritischen Druck p_2^* überschritten hat, nimmt der einströmende Gasstrom mit weiterem Druckanstieg laufend ab. Die Integration kann in diesem Druckbereich grafisch oder numerisch vorgenommen werden.

Das Ergebnis für Luft von $\vartheta = 20^\circ\text{C}$ lautet im gesamten Bereich $p_2 < p_2^*$ bis $p_1 > p_2^*$

$$t = 6,42 \cdot 10^{-2} \frac{V}{d^2} \left\{ \chi\left(\frac{p_1}{p_0}\right) - \chi\left(\frac{p_2}{p_0}\right) \right\} s \quad (12)$$

wobei t = Belüftungszeit in s, V = Volumen des zu belüftenden Kessels in L, d = Durchmesser der Belüftungsöffnung in cm, p_0 = Druck vor dem Belüftungsventil, in der Regel Atmosphärendruck, p_2 = Druck im Kessel vor dem Öffnen des Belüftungsventils, p_1 = Druck, bis zu dem belüftet wird. Die Werte der numerisch ermittelten Funktion $\chi(p/p_0)$ können aus Abb. 8 entnommen werden.

9 Arbeitstechnik im Feinvakuum

9.1 Überblick

Die meisten industriell genutzten Vakuumverfahren werden im Feinvakuum, d. h. bei Arbeitsdrücken zwischen 1 mbar und 10^{-3} mbar, durchgeführt. Solange der Arbeitsdruck in Vakuumapparaturen und -anlagen nicht unter den Wert $p_{\text{arb}} \approx 1 \cdot 10^{-2}$ mbar sinkt, spielen die Entgasungsströme keine wesentliche Rolle. Im unteren Feinvakuumbereich dagegen, d. h. bei Arbeitsdrücken im Bereich $1 \cdot 10^{-2}$ bis $1 \cdot 10^{-3}$ mbar, können sie sich störend auswirken. Fabrikneue Bauelemente aus Metall werden vom Hersteller zum Schutz gegen Rostbildung entweder luftdicht verpackt, oder sie sind mit einem Fettfilm versehen. Vor dem Einbau von gefetteten

Teilen in eine Vakuumapparatur sind diese gründlich und sorgfältig zu entfetten und anschließend zu trocknen.

9.2 Aufbau einer Feinvakuum-Apparatur

Die erhöhten Dichtheitsanforderungen, die das Feinvakuum stellt, verlangen von sämtlichen Bauteilen einzeln, dass die maximale Leckrate $q_L = 10^{-3} \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1}$ nicht überschritten wird. Wird dieser Wert nicht eingehalten, lässt sich ein kleiner Arbeitsdruck nur mit unverhältnismäßig großem Saugvermögen, d. h. mit unwirtschaftlich großen Pumpen, erreichen. Darüber hinaus muss die Apparatur wasser dampffrei und sauber gehalten werden. Dem Vakuum ausgesetzte Flächen müssen rostfrei und entsprechend bearbeitet, z. B. sandgestrahlt sein. Sämtliche lösbarer Verbindungen sind mit Elastomeren zu dichten, mechanisch bewegte Teile sind fettfrei in den evakuierten Raum einzuführen.

9.3 Pumpen: Art und Saugvermögen

Zur Erzeugung von Feinvakuum werden ölgedichtete, meist zweistufige Rotationspumpen, trockene Schraubenpumpen, Wälzkolbenpumpen (Boosterpumpen) und Dampfstrahlpumpen verwendet. Während zweistufige ölgedichtete Rotationspumpen oder Schraubenpumpen nur mit verhältnismäßig niedrigem Saugvermögen (max. etwa $S_n = 2 \cdot 10^3 \text{ m}^3/\text{h}$) zur Verfügung stehen, werden mit Kombinationen von Wälzkolbenpumpen und vielstufigen Dampfstrahlpumpen Saugvermögen bis zu $S \approx 10^5 \text{ m}^3/(T_n, p_n) \text{ h}^{-1}$ bzw. $S \approx 0,044 \cdot M_r \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ Gas (oder Dampf) erzielt. Um entscheiden zu können, ob in einem bestimmten Anwendungsfall eine Wälzkolbenpumpen-Kombination oder ein mehrstufiges Aggregat von Dampfstrahlpumpen zu verwenden ist, hängt von den technischen und betriebswirtschaftlichen Parametern ab. Allgemeine Regeln können hierzu nicht gegeben werden. Der nachstehend angegebene Fragenkatalog soll die Entscheidungsfindung erleichtern:

1. Welches Medium oder welche Medien sind abzupumpen (Gase, Dämpfe oder Gas-Dampf-Gemische: In welcher Zusammensetzung, insbesondere mit welchem Wasserdampfgehalt)?
2. Welche Mengen dieser Medien sollen in welcher Zeit abgepumpt werden?
3. Art und Menge eventuell anfallender korrosiver Medien
4. Temperatur des abzupumpenden Mediums
5. Wie groß ist der Startdruck (meist der Umgebungsdruck)?
6. Welcher Arbeitsdruck soll von dem Pumpenaggregat erreicht werden?
7. Wie hoch ist die Umgebungstemperatur des Pumpenaggregats?
8. Abmessungen des Pumpenaggregats (mit Motor), Gewicht des Pumpenaggregats (mit Motor), räumlicher Abstand des Pumpenaggregats von der Anlage
9. Wie groß ist das innere Volumen der Anlage?
10. Wie groß ist die Leckrate?
11. Art und Größe der Anschlussflansche an der Anlage

12. Welche Netzspannung und welche Stromart (Drehstrom oder Wechselstrom) sind vorhanden (zulässiger Einschaltstrom)?
13. Elektrische Leistungsaufnahme des Pumpaggregats
14. Welche Treibmittel stehen zur Verfügung (Wasserdampf oder Öl), Dampfkosten?

9.4 Druckmessung

In technischen Feinvakuumanlagen stehen als Vakuum-Messinstrumente in erster Linie Kapazitätsvakuummeter, Wärmeleitungsvakuummeter und (Feinvakuum-) Ionisationsvakuummeter zur Verfügung ([► Kap. 24, „Vakuummessgeräte vom Grob- bis Hochvakuum“](#) und [► Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“](#)).

9.5 Auspumpzeit und Enddruck

Im unteren Feinvakumbereich kann die Auspumpzeit nicht mehr aus Gl. 6 bzw. 9 bestimmt werden, weil der aus der Apparatur abzupumpende Gasstrom $q_{pV,\text{ein}}$ in der Regel schon zu einem merklichen Anteil aus Gasen und Dämpfen besteht, die von und aus den Wänden der Apparatur frei werden (Ausgasung). Da dieser Ausgasungsstrom $q_{pV,\text{ent}}$ mit der Zeit abnimmt, ist die bei der Herleitung von Gl. 6 gemachte Voraussetzung $q_{pV,\text{ein}} = \text{const}$ nicht erfüllt. Der Ausgasungsstrom technischer Anlagen verringert sich allerdings im Vergleich mit dem aus dem Volumen der Apparatur abzupumpenden Gasstrom zeitlich nur langsam. Mit einer für den Feinvakumbereich ausreichenden Genauigkeit kann man daher statt Gl. 6 für den Druckabfall im Rezipienten oder in der Anlage die vereinfachte Gleichung

$$p = p_0 \exp\left(-\frac{S_{\text{eff}}}{V} t\right) + p_{\text{end,P}} + \frac{q'_{pV,\text{ein}}}{S_{\text{eff}}} + \frac{q_{pV,\text{aus}}(t)}{S_{\text{eff}}} \quad (13)$$

schreiben. Das erste Glied von Gl. 13 beschreibt den zeitlichen Druckabfall vom Anfangsdruck p_0 (meist Atmosphärendruck) bis zum Druck p für den Fall, dass nur das Kesselvolumen ausgepumpt werden müsste. $P_{\text{end,P}}$ bedeutet den Enddruck der Pumpe, während $q'_{pV,\text{ein}}$ den konstant einströmenden Gasstrom darstellt. $q_{pV,\text{aus}}(t)$ dagegen ist der zeitlich veränderliche Ausgasungsstrom.

Die zeitliche Abnahme des Ausgasungsstroms von Metallen und auch von Gläsern und Keramiken lässt sich mit praktisch recht brauchbarer Näherung durch eine Gleichung

$$j_M = \frac{K_M}{t} \quad (14)$$

darstellen, wobei j_M den flächenbezogenen Ausgasungsstrom (die Ausgasungsstromdichte) und K_M eine Konstante bedeuten (Index M = Metall). Aus der Abb. 7 in [► Kap. 31, „Werkstoffe in der Vakuumtechnik“](#) entnimmt man für die „Ausgasungskonstante“ K_M den Wertebereich

$$\begin{aligned} K_M &\approx (4 - 30) \cdot 10^{-5} \text{ mbar L s}^{-1} \text{ m}^{-2} \cdot 3600 \text{ s} \\ &\approx (0,15 - 1,1) \text{ mbar L m}^{-2} \end{aligned}$$

also einen mittleren Wert

$$K_M \approx 0,5 \text{ mbar L m}^{-2} \quad (15)$$

Gl. 14 ergibt für $t \rightarrow 0$ den Wert $j_M \rightarrow \infty$ und entspricht insofern nicht der Realität. j_M hat zur Zeit $t = 0$ sicher einen endlichen Wert $j_{0,M}$. Eine vernünftige Näherung wird man erhalten, wenn man für $t \leq t_0$ den konstanten Wert $j_M = j_{0,M}$, für $t \geq t_0$ den Wert nach Gl. 14 ansetzt.

Bei Kunststoffen (Index K) nimmt gemäß Abb. 9 in ► Kap. 31, „Werkstoffe in der Vakuumtechnik“ der Ausgasungsstrom umgekehrt proportional zur Wurzel aus der Zeit ab. Es ist also ungefähr

$$j_K = \frac{K_K}{\sqrt{t}} \quad (16)$$

Aus Abb. 8 in ► Kap. 31, „Werkstoffe in der Vakuumtechnik“ entnimmt man mittlere Werte der „Ausgasungskonstante“

$$\begin{aligned} \text{für Viton}^{\text{TM}} : \quad K_K &\approx 6 \cdot 10^{-3} \text{ mbar L s}^{-1} \text{ m}^{-2} \cdot \sqrt{3600 \text{ s}} \\ &\approx 0,4 \text{ mbar L s}^{-1/2} \text{ m}^{-2} \end{aligned} \quad (17)$$

$$\begin{aligned} \text{für Perbunan}^{\text{TM}} : \quad K_K &\approx 6 \cdot 10^{-2} \text{ mbar L s}^{-1} \text{ m}^{-2} \cdot \sqrt{3600 \text{ s}} \\ &\approx 4 \text{ mbar L s}^{-1/2} \text{ m}^{-2} \end{aligned} \quad (18)$$

Bezüglich des Anfangswertes $j_{0,K}$ gilt das oben zu Gl. 14 Gesagte analog.

Für die Wahl von t_0 lassen sich keine verbindlichen Angaben machen. Der zu wählende Wert wird davon abhängen, wann aufgrund des Pumpvorgangs ein Druck im Rezipienten erreicht ist, der freie Ausgasung zulässt und wie man die Ausgasung im Druckbereich davor beurteilt.

Damit kann man die zeitabhängigen Ausgasungsströme durch die Gleichungen

$$t \leq t_0 : q_{pV, \text{aus}, M}(t) = A_M \frac{K_M}{t_0} \quad (19)$$

$$t \geq t_0 : q_{pV, \text{aus}, M}(t) = A_M \frac{K_M}{\sqrt{t}} \quad (20)$$

und

$$t \leq t_0 : q_{pV, \text{aus}, K}(t) = A_M \frac{K_K}{\sqrt{t_0}} \quad (21)$$

$$t \geq t_0 : q_{pV, \text{aus}, K}(t) = A_M \frac{K_K}{\sqrt{t}} \quad (22)$$

beschreiben. Dabei sind A_M bzw. A_K die an das Vakuum angrenzenden Oberflächen von Metall bzw. Kunststoff. K_K bzw. $j_{0, K}$ ist meist erheblich größer als K_M bzw. $j_{0, M}$, so dass, wenn Kunststoffe im Rezipienten vorhanden sind, diese die Pumpzeiten bestimmen.

Einen für die Praxis ausreichend genauen Schätzwert für die Pumpzeit t_P erhält man, wenn man die drei Vorgänge: Auspumpen der freien Gase aus dem Volumen, Ausgasung von an Metallen gebundenen Gasen und Ausgasung von an Kunststoffen gebundenen Gasen, allein für sich getrennt betrachtet, für jeden dieser Vorgänge eine Pumpzeit so berechnet, als ob dieser Vorgang allein und stationär vorhanden wäre, und schließlich die drei Werte addiert:

$$t_P = t_{P,1} + t_{P,2} + t_{P,3} \quad (23)$$

Bei diesem Vorgehen kommt vor allem der langsamste Vorgang zum Tragen. Für den ersten Vorgang sind die Glieder eins, zwei und drei von Gl. 13 zu berücksichtigen; dann ergibt sich für die Zeit zur Erniedrigung des Drucks von p_0 auf p

$$t_{P,1} = \frac{V}{S_{\text{eff},\max}} \cdot \ln \frac{p_0}{p - p_{\text{end}}} \quad (24)$$

wobei der sich in jedem der drei Fälle einstellende Enddruck

$$p_{\text{end}} = p_{\text{end}, P} + \frac{q'_{PV, \text{ein}}}{S_{\text{eff}, \text{max}}} \quad (25)$$

eingesetzt wurde.

Für den zweiten Vorgang sind die Glieder zwei, drei und vier aus Gl. 13, letzteres in der Form von Gl. 20, maßgebend. Daraus ergibt sich

$$t_{P,2} = \frac{A_M \cdot K_M}{S_{\text{eff},\max}(p - p_{\text{end}})} \quad (26)$$

Analog erhält man für den dritten Vorgang (Glieder zwei, drei und vier der Gl. 13, letzteres in Form von Gl. 22

$$t_{P,3} = \frac{A_K^2 \cdot K_K^2}{S_{\text{eff}, \text{max}}^2(p - p_{\text{end}})^2} \quad (27)$$

$t_{P,2}$ und $t_{P,3}$ sind die Zeiten für die Erniedrigung des Drucks auf den Wert p , wenn zur Zeit $t = 0$ der Entgasungsprozess beginnt und in jedem Moment der Ausgasungsstrom von der Pumpe weggefördert wird (stationärer Vorgang). Es sei nochmals darauf hingewiesen, dass die Gl. 24 bis 27 grobe, aber praktisch brauchbare Abschätzungen ergeben.

Beispiel 4

Ein Stahlkessel mit dem Volumen $V = 2,5 \text{ m}^3$ und der inneren Oberfläche $A_M = 15 \text{ m}^2$ wird mit einer aus einer Vorpumpe TR (ohne Gasballast) und einer

Wälzkolbenpumpe WA bestehenden Pumpenkombination vom Druck $p_0 = 1013$ mbar auf den Druck $p_2 = 5 \cdot 10^{-3}$ mbar evakuiert. Der Einschaltdruck der Wälzkolbenpumpe ist $p_1 = 20$ mbar. Der zeitlich konstante Leckstrom soll $q_L = 0,5$ mbar \cdot L \cdot s $^{-1}$ betragen. Die Evakuierung erfolgt in zwei Schritten.

- Evakuierung mit TR allein von $p_0 = 1013$ mbar auf $p_1 = 20$ mbar. In diesem Druckbereich ist das Saugvermögen der TR konstant, nämlich $S(T\ R) = 380$ m 3 \cdot h $^{-1} = 105,6$ L \cdot s $^{-1}$, der Enddruck der Pumpe $p_{end,P} = 6,5 \cdot 10^{-2}$ mbar.
- Evakuierung mit der Kombination TR plus WA von $p_1=20$ mbar auf $p_2 = 5 \cdot 10^{-3}$ mbar. In diesem Druckbereich ist das Saugvermögen der Kombination praktisch konstant: $S(TR+WA) = 1750$ m 3 h $^{-1} = 486$ L \cdot s $^{-1}$. Der Enddruck der Kombination beträgt $p_{end,P} = 2,5 \cdot 10^{-3}$ mbar.

Das Pumpenaggregat sei direkt an den Kessel angeflanscht, so dass man in guter Näherung $S_{eff,max} = S$ setzen kann.

- Erster Schritt:* In Gl. 24 beträgt der vor dem Logarithmus stehende Faktor (die e-Wertszeit), (Gl. 8) $\tau = V/S = 2500$ L/100 L \cdot s $^{-1} = 25$ s. Das Saugvermögen setzen wir abgerundet $S = 100$ L \cdot s $^{-1}$, weil unsere Formeln grobe Näherungen sind, so dass die Rechnung mit „genauen“ Werten sinnlos ist. Der Enddruck nach Gl. 24 errechnet sich zu $p_{end} = 6,5 \cdot 10^{-2}$ mbar + 0,5 mbar L \cdot s $^{-1}/100$ L \cdot s $^{-1} = 7 \cdot 10^{-2}$ mbar. Dann ergibt Gl. 24

$$t_{P,1} = 25 \text{ s} \cdot \ln \frac{1000 \text{ mbar}}{(20 - 7 \cdot 10^{-2}) \text{ mbar}} \approx 100 \text{ s}$$

und Gl. 26 mit dem K_M -Wert aus Gl. 15

$$t_{P,2} = \frac{15 \text{ m}^2 \cdot 0,5 \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{m}^{-2}}{100 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1} \cdot 20 \text{ mbar}} = 3,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}$$

damit wird

$$t_{P,a} \cong 100 \text{ s}$$

- Zweiter Schritt:* $S \approx 500$ L \cdot s $^{-1}$, damit $\tau = 2500$ L/500 L \cdot s $^{-1} = 5$ s. Der Enddruck wird $p_{end} = 2,5 \cdot 10^{-3}$ mbar + 0,5 mbar L \cdot s $^{-1}/500$ L \cdot s $^{-1} = 3,5 \cdot 10^{-3}$ mbar, so dass

$$t_{P,1} = 5 \text{ s} \cdot \ln \frac{20 \text{ mbar}}{(5 - 3,5) \cdot 10^{-3} \text{ mbar}} \approx 50 \text{ s}$$

und

$$t_{P,2} = \frac{15 \text{ m}^2 \cdot 0,5 \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{m}^{-2}}{500 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1} \cdot 1,5 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}} \approx 6 \text{ s}$$

also $t_{P,b}=56$ s.

In beiden Schritten bestimmt also die Entfernung der freien Gase aus dem Kesselvolumen die Zeitdauer des Auspumpens, so dass man nach Gl. 27 mit einer Pumpzeit

$$t_P = 156 \text{ s} = 2,5 \text{ min}$$

rechnen kann.

Beispiel 5

In der gleichen Anlage wie in Beispiel 4 sollen Kunststoffschnitzel mit einer Gesamtfläche $A_K = 10 \text{ m}^2$ ent gast werden. In einem Vorversuch wurde die flächenbezogene Gasabgabe der Charge nach $t = 3 \cdot 10^3 \text{ s}$ zu $j_K=2 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ gefunden. Daraus ergibt sich für diesen Kunststoff die Entgasungs konstante

$$\begin{aligned} K_K &= 2 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \sqrt{3 \cdot 10^3 \text{ s}} \\ &= 1,1 \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1/2} \end{aligned}$$

Für die Pumpzeit des ersten Schritts erhält man aus Gl. 27 den vernachlässigbaren Wert $t_{P,3} = 3 \cdot 10^{-5} \text{ s}$, für die Pumpzeit des zweiten Schritts, wenn wieder $p_2 = 5 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ sein soll, aus Gl. 27

$$t_{P,3} = \frac{100 \text{ m}^4 \cdot 1,2 \text{ mbar}^2 \cdot \text{L}^2 \cdot \text{m}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}}{2,5 \cdot 10^5 \text{ L}^2 \cdot \text{s}^{-2} (2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mbar})^2} = 77 \text{ s} = 1,3 \text{ min}$$

Durch das zusätzliche Chargieren mit Kunststoffschnitzeln erhöht sich also die in Beispiel 4 ermittelte Auspumpzeit von 2,5 min auf etwa 4 min.

Bei den letzten Beispielen wurde die Gesamtleckrate des Kessels zu $q_L = 5 \cdot 10^{-1} \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1}$ angenommen. Nun sind einige Kunststoffe während der Verarbeitung extrem empfindlich gegen Sauerstoff und eine Leckrate dieser Größenordnung könnte bereits Oxidationserscheinungen durch den Sauerstoffgehalt der atmosphärischen Luft hervorrufen. Es ist deshalb anzuraten, in solchen Fällen die Leckrate des Kessels auf die Größenordnung $10^{-3} \text{ mbar} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1}$ herabzusetzen.

9.6 Belüften

Für das Belüften einer Feinvakuumapparatur gelten im Wesentlichen dieselben Gesichtspunkte wie bei Grobvakuumapparaturen. Die Belüftungszeit t kann aus Gl. 12 abgeschätzt werden.

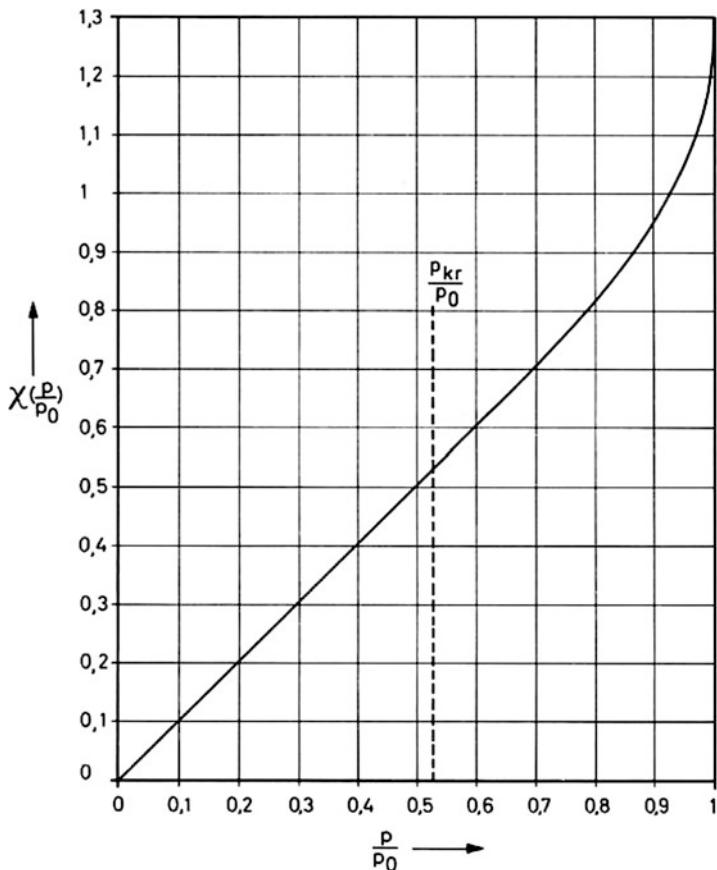


Abb. 9 Rechenfaktor $\chi(p/p_0)$ zur Ermittlung der Belüftungszeit t (für Luft $\vartheta = 20^\circ\text{C}$). Siehe Gl. 12 $p_{kr} \equiv p_2^*$

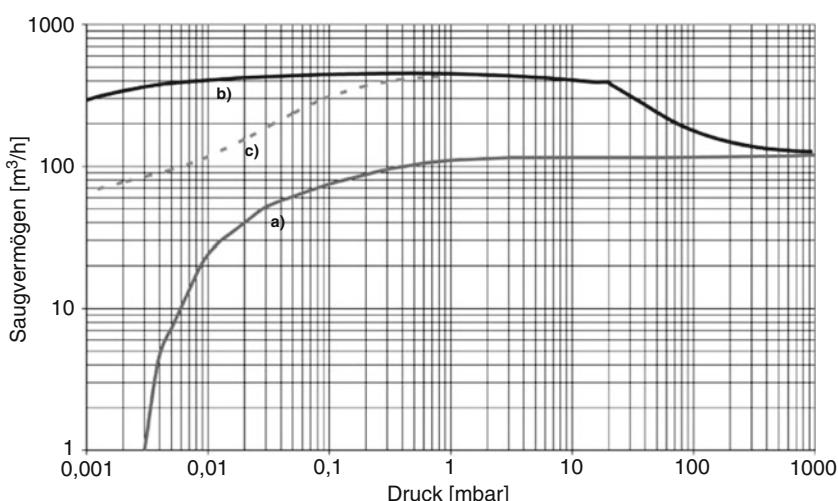
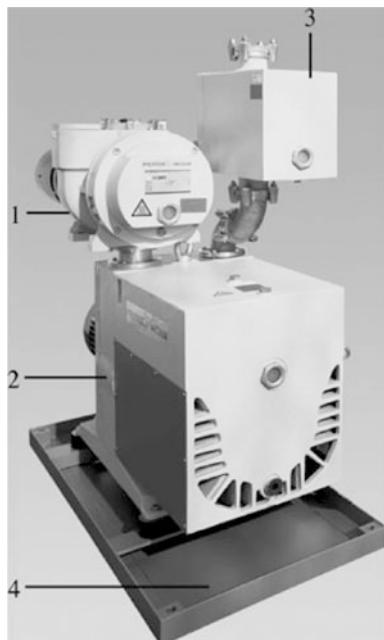
9.7 Feinvakuumpumpstände

Betriebsfertige Pumpstände zum Erzeugen von Feinvakuum bis zu Nennsaugvermögen von einigen Tausend $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ bestehen aus mehrstufigen Pumpenkombinationen. Gebräuchliche Kombinationen sind: Wälzkolbenpumpe(n) mit ölgedichteter Rotationspumpe (Abb. 9); Wälzkolbenpumpe(n) mit Flüssigkeitsringpumpe (Abb. 11) oder Schraubenpumpe für große Saugvermögen; mehrstufige, auf Atmosphärendruck verdichtende Wasserdampfstrahlpumpen; mehrstufige Wasserdampfstrahlpumpen mit Rotationspumpen.

Das Beispiel eines Feinvakuumpumpstand der jeweils aus einer Wälzkolbenpumpe und einer zweistufigen Drehschieberpumpe besteht zeigt Abb. 9. Da der Pumpstand in der Beschichtungstechnik eingesetzt wird und mit korrosiven Gasen

Abb. 10

Feinvakuumpumpstand für die Beschichtungstechnik:
 1 Wälzkolbenpumpe mit Spaltrohrmotor ($S_n=500 \text{ m}^3/\text{h}$), 2 Zweistufige Drehschieberpumpe ($S_n=250 \text{ m}^3/\text{h}$),
 3 Ölenebefilter, 4 Rahmen mit Ölwanne

**Abb. 11** Saugvermögenskurven des Feinvakuumpumpstandes in Abb. 9. a Zweistufige Drehschieberpumpe, b Wälzkolbenpumpe+Zweistufige Drehschieberpumpe, c Einfluss einer Rohrleitung DN 100, $l = 5000 \text{ mm}$, auf die Konfiguration b

und deren Reaktionsprodukten gerechnet wird, sind beide Pumpen in Korrosivgas-Ausführung und die Wälzkolbenpumpe ist mit einem Spaltröhrmotor ausgestattet. In Abb. 10 sind die für diesen Pumpstand charakteristischen Werte des Saugvermögens S in Abhängigkeit vom Ansaugdruck p_A angegeben. Dass bereits im Feinvakuumbereich die Rohrleitung einen großen Einfluss auf das effektive Saugvermögen an der Kammer hat, wird hier beispielhaft an einer 5 m langen Rohrleitung DN 100 gezeigt.

Einen Feinvakuumpumpstand für den Einsatz in der chemischen Industrie zeigen Abb. 11 und Abb. 12. Alle Wälzkolbenpumpen sind in druckstoßfester Ausführung, PTFE-gedichtet. Der Basiswerkstoff ist GGG 40.3, die Bauteile sind Nickel/PTFE beschichtet. Die Flüssigkeitsringpumpe besteht aus keramischen Werkstoffen. Der Abscheider besteht aus Graphit. Der niedrigste Ansaugdruck beträgt 3 mbar. Das Saugvermögen kann durch Frequenzregelung der Pumpen zwischen 1100 und 2300 m³/h geregelt werden.

Einen Feinvakuumpumpstand zum Evakuieren einer Weltraum-Simulationskammer, in der Satelliten-Triebwerke getestet werden, zeigen Abb. 13 und 14. Der Pumpstand besteht aus zwei gleichen, parallelen Strängen, die durch eine SPS-Steuerung beliebig untereinander verschaltbar sind. Die Pumpen der ersten Stufe werden mittels Frequenzumformer in der Saugleistung variiert. Der niedrigste Ansaugdruck beträgt 1 mbar. Das maximale Saugvermögen beträgt 45.000 m³/h (Abb. 15).



Abb. 12 Feinvakuumpumpstand für die chemische Industrie: 1 Wälzkolbenpumpe ($S_n = 2000 \text{ m}^3/\text{h}$), 2 Wälzkolbenpumpe ($S_n = 500 \text{ m}^3/\text{h}$), 3 Wälzkolbenpumpe ($S_n = 250 \text{ m}^3/\text{h}$), 4 Flüssigkeitsringpumpe ($S_n = 130 \text{ m}^3/\text{h}$), 5 Abscheider/Wärmetauscher, 6 Sperrgaspanel für die Wälzkolbenpumpen, 7 Sperrmedium für die Gleitringdichtungen. Im Bild nicht zu sehen ist der Sprühflansch DN 150 zur Spülung der Pumpen

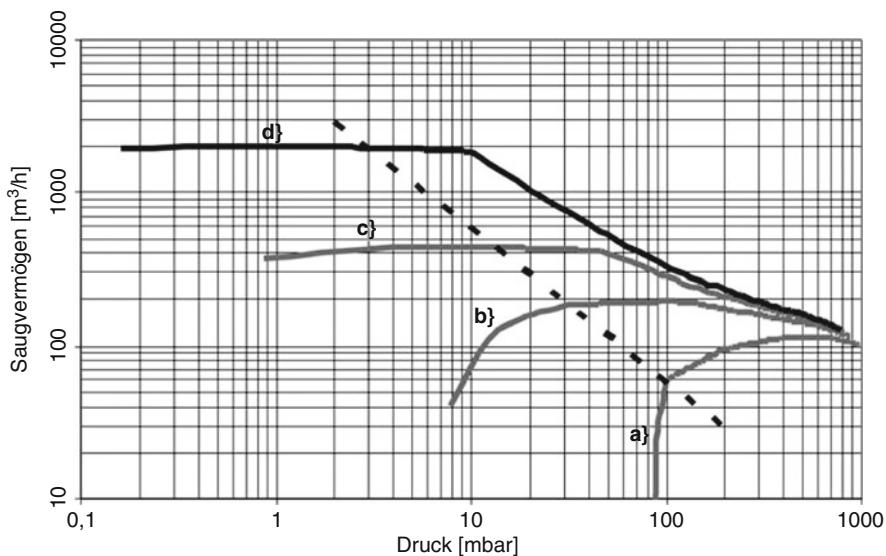


Abb. 13 Saugvermögenskurven des Feinvakuumpumpstandes in Abb. 11. *a* Flüssigkeitsringpumpe, *b* Wälzkolbenpumpe ($S_n = 250 \text{ m}^3/\text{h}$)+Flüssigkeitsringpumpe, *c* Wälzkolbenpumpe ($S_n = 500 \text{ m}^3/\text{h}$)+Wälzkolbenpumpe ($S_n = 250 \text{ m}^3/\text{h}$)+Flüssigkeitsringpumpe, *d* Wälzkolbenpumpe ($S_n = 2000 \text{ m}^3/\text{h}$)+Wälzkolbenpumpe ($S_n = 500 \text{ m}^3/\text{h}$)+Wälzkolbenpumpe ($S_n = 250 \text{ m}^3/\text{h}$)+Flüssigkeitsringpumpe. Die gestrichelte Linie zeigt den Auslegungspunkt des Pumpstandes

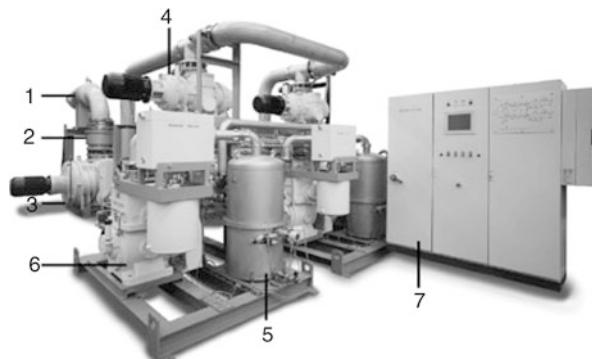


Abb. 14 Feinvakuumpumpstand für eine Weltraum-Simulationskammer: *1* Gaskühler (wassergekühlt); *2* Tiefkühlafalle (Kühlung mit flüssigem Stickstoff); *3* Wälzkolbenpumpe ($S_n = 25.000 \text{ m}^3/\text{h}$); *4* Wälzkolbenpumpe ($S_n = 6000 \text{ m}^3/\text{h}$). Nicht im Bild zu sehen: Wälzkolbenpumpe ($S_n = 2000 \text{ m}^3/\text{h}$). *5* Kondensator mit automatischem Kondensatablass; *6* Einstufige Drehschieberpumpe ($S_n = 500 \text{ m}^3/\text{h}$) mit Ölnebelabscheider DN 160; *7* Schaltschrank mit Touchpanel

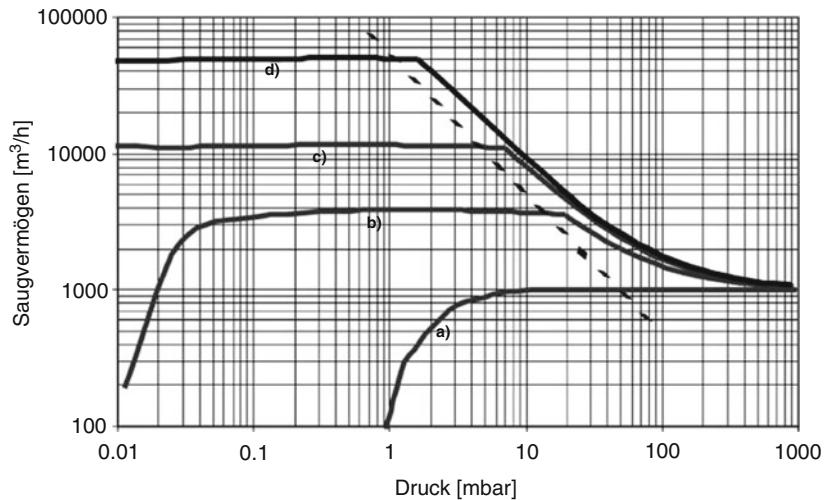


Abb. 15 Saugvermögenskurven des Feinvakuumpumpstandes in Abb. 13: a Drehschieberpumpe; b Wälzkolbenpumpe ($S_n = 2000 \text{ m}^3/\text{h}$) + Drehschieberpumpe; c Wälzkolbenpumpe ($S_n = 6000 \text{ m}^3/\text{h}$) + Wälzkolbenpumpe ($S_n = 2000 \text{ m}^3/\text{h}$) + Drehschieberpumpe; d Wälzkolbenpumpe ($S_n = 25.000 \text{ m}^3/\text{h}$) + Wälzkolbenpumpe ($S_n = 6000 \text{ m}^3/\text{h}$) + Wälzkolbenpumpe ($S_n = 2000 \text{ m}^3/\text{h}$) + Drehschieberpumpe. Die gestrichelte Linie zeigt den Auslegungspunkt des Pumpstandes



Karl Jousten

Zusammenfassung

Bei der Arbeitstechnik im Hochvakuum spielt die Ausgasung der inneren Wände der Apparatur oder Anlage die Hauptrolle, während die im Volumen befindlichen freien Gas- und Dampfmengen von untergeordneter Bedeutung sind. Die nötige Auspumpzeit und der nötige Basisdruck können nur erreicht werden, wenn die entsprechenden Kriterien zur Materialauswahl sowie die entsprechenden Fertigungen und Reinigungen beachtet werden.

1 Pumpen: Art und Saugvermögen

Der Hochvakumbereich ist die Domäne der Turbomolekularpumpe und auch noch der Diffusionspumpe. Zur weiteren Verkürzung der Auspumpzeiten werden zusätzlich auch Kryopumpen installiert, die nur mit flüssigem Stickstoff gekühlt werden, da die Ausgasungsströme im Hochvakuum größtenteils aus Wasserdampf bestehen.

Die Zusammensetzung der Pumpaggregate hinsichtlich Art und Größe der einzelnen Pumpen richtet sich nach:

- Arbeitsdruck
- Auspumpzeit bis zum Arbeitsdruck
- Volumen der Anlage
- Größe des Prozessgasstroms
- Größe der Gesamtleckrate der Anlage
- Größe der Entgasungsströme

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland
E-Mail: karl.jousten@ptb.de

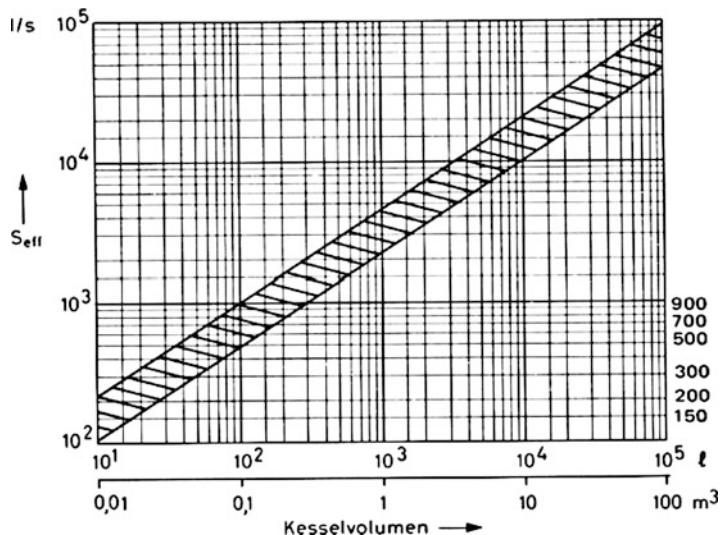


Abb. 1 Effektives Saugvermögen, das an einem Kessel für das Hoch- und Ultrahochvakuumgebiet zu installieren ist, in Abhängigkeit vom Kesselvolumen (Richtwerte!)

Sind die Werte dieser Größen weitgehend unbekannt, so kann bei gegebenem Kesselvolumen das zu installierende Saugvermögen anhand von Abb. 1 näherungsweise bestimmt werden. Das Diagramm enthält Erfahrungswerte, die nur als Anhalt dienen können, und bezieht sich auf den Hochvakuum- und Ultrahochvakuumbereich.

Bei fast allen industriell genutzten Hochvakuumverfahren werden die inneren Oberflächen der Anlage mit der Zeit mehr und mehr verunreinigt. Infolge der dadurch bedingten Zunahme der Entgasungsströme nimmt die Auspumpzeit über eine längere Betriebszeit zu. Im Zweifelsfall wählt man daher ein größeres Saugvermögen der Hochvakuumpumpe. Erfahrungsgemäß wird durch eine solche Wahl letzten Endes Zeit und Geld gespart.

2 Reinigung der Vakuummeter

Verschmutzungen und Ablagerungen beeinflussen in negativer Weise die Messrichtigkeit von allen Vakuummetern. Die Empfindlichkeit ändert sich, die Nullpunktstabilität und die Restanzeige werden nicht mehr erreicht. Bei Ionisationsvakuummetern können die Isolatoren durch Verschmutzungen überbrückt werden, Kriechströme und Überschläge auftreten.

Abhängig vom Anschaffungspreis und dem Grad und der Art der Verschmutzung muss überlegt werden, ob sich eine Reinigung lohnt oder ein Ersatz vorzuziehen ist. Möchte man den Versuch einer Reinigung unternehmen, werden im Folgenden einige Hinweise gegeben.

Grundsätzlich müssen bei solchen Reinigungsarbeiten fusselfreie Handschuhe getragen werden und fusselfreie Zellstofftücher und Wattestäbchen verwendet werden.

Bei mechanischen und kapazitiven Membranvakuummeter kann durch Einfüllen eines organischen Lösemittels (z. B. Isopropanol) ein Reinigungsversuch unternommen werden. Öle und ölige Stäube lassen sich so meist entfernen. Am besten lässt man das Lösungsmittel an der Rohrinnenwand in das Messgerät laufen. Das Lösungsmittel wird durch leichtes Schütteln (Vorsicht bei empfindlichen Hebelmechaniken) in dem Vakuummeter verteilt, wieder ausgegossen und der Vorgang solange wiederholt, bis das ausgegossene Lösungsmittel keinen Schmutz mehr enthält. Im Anschlussrohr und am Filter eines Membranvakuumeters kann die Reinigung vorsichtig mit einem Wattestäbchen unterstützt werden. Nur wenn sich der Schmutz leicht entfernen lässt, verspricht die Reinigung einen Erfolg. Anschließend wird das Vakuummeter bei mäßiger Temperatur (siehe Herstellerangabe) in einem Trockenschrank oder in einer einfachen Vakuumapparatur getrocknet.

Auch ein Wärmeleitungsvakuummeter (Pirani) lässt sich unter Umständen wie oben beschrieben durch ein Lösungsmittel reinigen, jedoch verbietet hier ein dünner Heizfadendraht das Schütteln.

Ionisationsvakuummeter mit gekreuzten elektrischen und magnetischen Feldern („Kalkathodenionisationsvakuummeter“) sind relativ robust und gut zerlegbar, so dass eine Reinigung der Einzelteile möglich ist. Diese kann mechanisch mit einem Putzvlies und anschließendem Einwirken von Isopropanol vorgenommen werden. Unter Umständen (Herstellerangaben beachten) können auch dünne Säuren zur Reinigung verwendet werden.

Ionisationsvakuummeter mit heißer Emissionskathode können, abgesehen vom „Degas“-Modus und dem Auswechseln der Kathode, nicht effizient gereinigt werden.

3 Hochvakuumpumpstände

Unter Hochvakuumpumpständen sind komplett montierte und vakuumgeprüfte Einheiten zu verstehen, die anschlussfertig geliefert werden. Sie enthalten Vorpumpe, Hochvakuumpumpe, Vorvakuumventile sowie Messstutzen und gegebenenfalls Öldampfsperren, so dass sie als Hochvakuumaggregate sofort einsetzbar sind. Sie bieten dem Anwender eine leichte Bedienbarkeit und Integrationsmöglichkeit in vorhandene Hochvakuumanlagen durch kompakte, platzsparende Bauweise, wartungsfreundlichen Aufbau sowie durch serielle Schnittstellen (RS 232/485) und standardisierte Software (z. B. Profibus).

Hochvakuumpumpstände werden für den Betrieb mit Turbomolekularpumpe oder Diffusionspumpe ausgerüstet und stehen in verschiedenen Ausführungen und Größen zur Verfügung.

Hochvakuumpumpe und Vorpumpe(n) müssen – wie bei jeder Kombination von in Serie geschalteten Vakuumpumpen – aufeinander „abgestimmt“ sein, damit beim Arbeiten der Kombination die für jede Pumpe kritischen Werte (z. B. Vorvakuumbeständigkeit) nicht überschritten werden. Dies ist insbesondere bei nachträglichen Änderungen an der Anlage bzw. des Prozesses zu beachten.

3.1 Hochvakuumpumpstand mit Diffusionspumpe

Der Vorvakuumdruck darf während des Betriebs nicht über den Ruhedruck des abgebremsten Dampfstrahls nach dem Verdichtungsstoß (siehe ► Abschn. 4.6 und 4.7 in Kap. 18, „Treibmittelpumpen“) ansteigen.

Das Saugvermögen der Vorpumpe muss so groß sein, dass der durch die Vorvakumbeständigkeit gegebene Druck p_K in keinem Betriebszustand überschritten wird. Das Saugvermögen S_V der Vorpumpe ist ausreichend, wenn

$$S_V \geq \frac{S \cdot p}{p_K} = \frac{\dot{Q}}{p_K} \quad (1)$$

ist, wobei S das Saugvermögen und p den Druck, \dot{Q} die Saugleistung am Rezipienten bezeichnen. Öldiffusionspumpen werden in der Regel nicht bei Ansaugdrücken größer als $p_A \approx 10^{-3}$ mbar verwendet. Da das Saugvermögen bei größeren Drücken stark absinkt, ist das Saugvermögen der Vorpumpe meistens ausreichend, wenn

$$S_V \geq \frac{p_A}{p_K} \cdot S = \frac{10^{-3} \text{ mbar}}{p_K} \cdot S = \frac{10^{-3} \text{ mbar}}{2 \cdot 10^{-1} \text{ mbar}} \cdot S = 5 \cdot 10^{-3} \cdot S \quad (2)$$

gilt. Bei kleineren Ansaugdrücken p_A kann das Saugvermögen der Vorpumpe S_V nach Gl. 2 klein sein. Es wird aber davon abgeraten, das Saugvermögen der Vorpumpe kleiner zu wählen, als es sich aus Gl. 2 ergibt. Beim Auspumpen eines Rezipienten werden immer Druckgebiete mit hohem Ansaugdruck durchfahren. Wird dabei der höchstzulässige Vorvakuumgrenzdruck überschritten, so hört die Pumpwirkung der Diffusionspumpe praktisch auf, was die Pumpzeit unter Umständen erheblich verlängert. Bei den meisten Vakuumprozessen treten außerdem plötzliche Gasausbrüche auf. Wenn die Vorpumpe zu klein ist, wird der Vorvakuumgrenzdruck p_K überschritten, die Pumpwirkung der Diffusionspumpe hört auf und das ausgebrochene Gas wird nur langsam abgepumpt. Darüber hinaus tritt beim Überschreiten der Vorvakumbeständigkeit aus den Düsen ein Unterschalldampfstrahl aus, wodurch die Ölrückströmung sehr groß wird (► Abschn. 4.6 in Kap. 18, „Treibmittelpumpen“).

Die „Anpassung“ Diffusionspumpe – Vorvakuumpumpe lässt sich auch mit Hilfe grafischer Diagramme in einfacher Weise durchführen, wie am Beispiel der Pumpenkombination „6000 L/s“-Diffusionspumpe und zweistufiger ölgedichteter Rotationsvakuumpumpen als Vorpumpe an Hand der Diagramme der Abb. 2 gezeigt werden soll.

Das linke Diagramm zeigt die Saugvermögenskurve S der Diffusionspumpe und die daraus abgeleitete Saugleistungskurve \dot{Q} .

Das rechte Diagramm zeigt die Saugleistungen 1–4 kommerzieller zweistufiger Rotationsvakuumpumpen mit $S_n = 135, 70, 36$ und $16 \text{ m}^3/\text{h}$. Die gestrichelte vertikale Linie VB zeigt die Vorvakumbeständigkeit der im Beispiel verwendeten Diffusionspumpe an.



VALVES
MODULES
BELLows
SERVICES

www.vatvalve.com

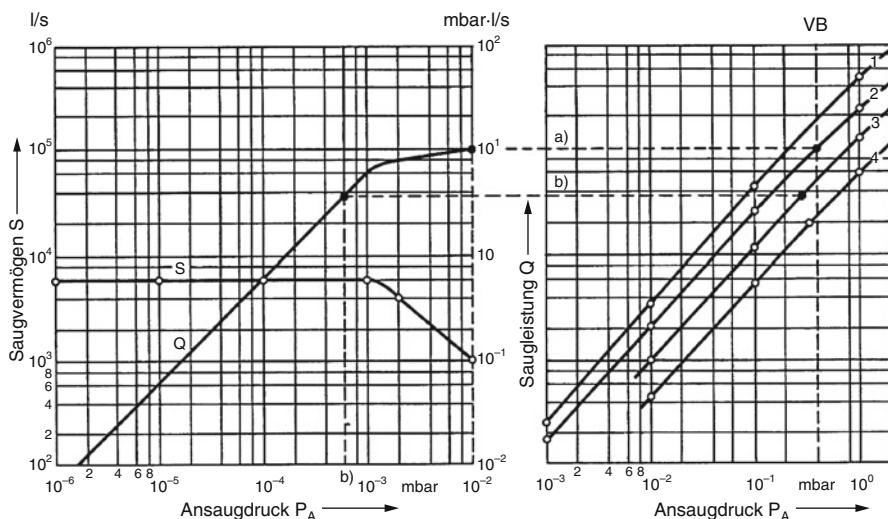


Abb. 2 Diagramme zur grafischen Bestimmung der geeigneten Vorpumpe (siehe Text)

Die Anpassung soll für zwei Fälle (a) und (b) demonstriert werden:

- (a) $\dot{Q} = 10 \text{ mbar} \cdot \text{L/s}$ (Maximalwert des Gasstromes)
- (b) $\dot{Q} = 4 \text{ mbar} \cdot \text{L/s}$ (geringerer anfallender Gasstrom)

Im Fall (a) ist die Vorpumpe 2 zu verwenden, damit nicht VB überschritten wird (siehe rechtes Diagramm).

Als Vorpumpen eignen sich am besten Drehschieber- und Sperrschieberpumpen. Bei großem Saugvermögen werden in Verbindung mit diesen auch Wälzkolbenpumpen verwendet. Bei einstufigen ölgedichteten Pumpen sinkt bereits bei einigen 10^{-1} mbar Ansaugdruck das Saugvermögen erheblich unter das Nennsaugvermögen. Aus diesem Grund empfiehlt es sich, zweistufige Vorpumpen zu verwenden und diese während des Abpumpens mit Gasballast zu betreiben. Zweistufige Vorpumpen haben einen weiteren Vorteil. Bei sehr kleinen Ansaugdrücken an der Diffusionspumpe ($p_A < 10^{-6}$ mbar) muss beim Abpumpen von leichten Gasen, insbesondere von Wasserstoff und Helium, ein möglichst kleiner Vorvakuumdruck, erheblich kleiner als die Vorvakumbeständigkeit p_K , erzeugt werden. Bei sehr kleinen Ansaugdrücken und hohen Vorvakuumdrücken macht sich die Rückdiffusion der leichten Gase entgegen der Strömungsrichtung des Dampfstrahls störend bemerkbar. Eine zweistufige Vorpumpe erzeugt bei kleinen Ansaugdrücken einen so niedrigen Vorvakuumdruck, dass die Rückdiffusion auch bei leichten Gasen nicht mehr stört.

Im Fall (b) genügt die kleinere Vorpumpe 3. Analoge Betrachtungen gelten auch für die Anpassung Turbomolekularpumpe – Vorpumpe.

Der ventillose Betrieb ist die einfachste Vakuuminstallation. Hierbei wird die Diffusionspumpe mit der zugehörigen Vorpumpe ohne Zwischenschalten von Ven-

tilen mit dem Vakuumbehälter verbunden. Beim Abpumpen wird dieser zunächst über die kalte Treibmittelpumpe bis auf einen Druck $p < p_K$ evakuiert. Dann wird die Treibmittelpumpe angeheizt. Nach dem Aufheizen übernimmt die Treibmittelpumpe das weitere Evakuieren. Kurz nach dem Anheizen steigt der Druck im Rezipienten etwas an, weil infolge der Erwärmung Gase bzw. Dämpfe frei werden. Falls die Zeit zum Herunterpumpen von Atmosphärendruck auf den Druck p_K wesentlich kürzer als die Anheizzeit der Treibmittelpumpe ist und der Vakuumbehälter dicht ist, wird die Treibmittelpumpe zusammen mit der Vorpumpe eingeschaltet. Nach Beendigung des Pumpvorgangs wird die Treibmittelpumpe abgeschaltet und die Vorpumpe so lange weiter betrieben, bis die Treibmittelpumpe auf eine Temperatur abgekühlt ist, bei der das Treibmittel beim Belüften nicht mehr Schaden nimmt.

Wenn ein gekühlter oder LN₂-gekühlter Ölfänger vorhanden ist, sollen die Baffleflächen vor dem Belüften auf Raumtemperatur gebracht werden, weil der in der Luft stets vorhandene Wasserdampf sich sonst vorzugsweise auf den Baffleflächen niederschlägt. Bei erneutem Abpumpen vermindert der verdampfende Wasserdampfstrom das effektiv für den Vakuumbehälter übrig bleibende Saugvermögen der Pumpen erheblich und verhindert unter Umständen sogar das Erreichen sehr kleiner Drücke in kurzen Zeiten.

Gegen Wasserausfall schützt ein Kühlwasserkontrollschatz. Bei Stromausfall bleibt die Vorpumpe stehen und die noch heiße Treibmittelpumpe nebst dem Rezipienten wird über die Vorpumpe belüftet. In diesem Fall bietet ein bei Stromausfall selbsttätig schließendes Ventil zwischen Vorpumpe und Treibmittelpumpe den besten Schutz. Bei Verwendung eines kombinierten Sicherheits-Belüftungsventils wird gleichzeitig die Vorpumpe belüftet.

Die relativ langen Abkühl- und Anheizzeiten beim ventillosen Betrieb sind in vielen Fällen inakzeptabel. Man verwendet daher bei Treibmittelpumpen meist einen Pumpstand mit Umwegleitung (Abb. 3).

Bei der ersten Inbetriebnahme ist das Hochvakuumventil 9 (von großem Durchmesser) ebenso wie das Umwegleitventil 2 und das Belüftungsventil 10 geschlossen. Über das geöffnete Ventil 5 wird die Treibmittelpumpe von der Vorpumpe evakuiert und bei Erreichen der Vorvakumbeständigkeit p_K angeheizt. Nach Ablauf der Anheizzeit ist der Pumpstand betriebsbereit.

Das Evakuieren erfolgt so: Die Ventile 9 und 10 bleiben geschlossen. Ventil 5 wird geschlossen (die heiße Diffusionspumpe arbeitet jetzt lediglich auf das Volumen V der Vorvakuumleitung) und hierauf Ventil 2 geöffnet. Mit Hilfe der Vorpumpe wird jetzt der Rezipient bis zu einem Druck evakuiert, bei dem die Treibmittelpumpe zu arbeiten beginnt. Jetzt wird Ventil 2 geschlossen und erst Ventil 5, dann Ventil 9 geöffnet und somit der Rezipient auf die betriebsbereite heiße Treibmittelpumpe geschaltet. Das Umschalten auf die Treibmittelpumpe soll zum Verkürzen der Pumpzeit bei möglichst hohem Druck erfolgen, denn eine Diffusionspumpe mit dem Saugvermögen $S = 12.000 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$ hat bei 10^{-2} mbar immer noch ein Saugvermögen $S > 1000 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$, während die normalerweise als Vorpumpe verwendete Pumpe nur ein Saugvermögen $S = 180 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1} = 50 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$ hat.

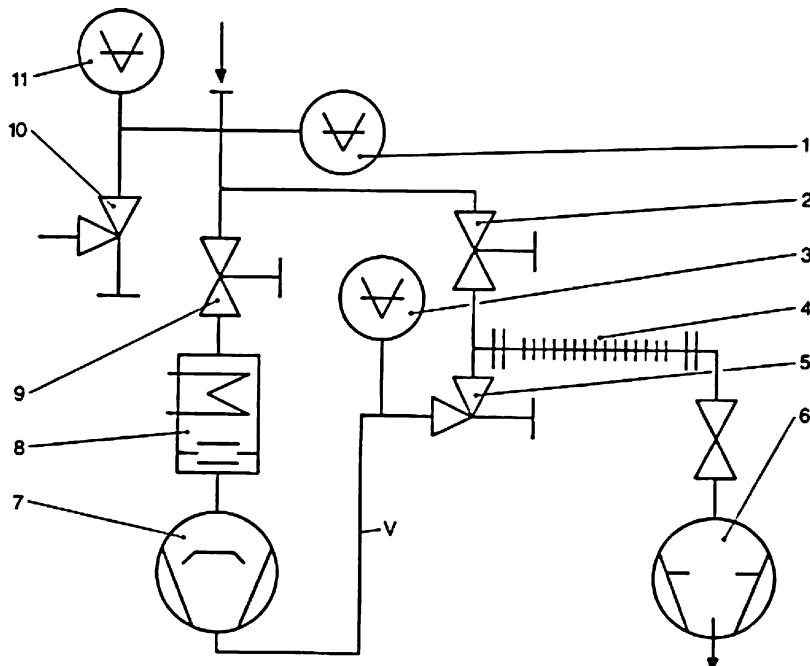


Abb. 3 Hochvakuumpumpstand mit Umwegleitung („Bypass“): 1 Feinvakuum-Messgerät, 2 Ventil in der Umwegleitung, 3 Vorpakuum-Messgerät, 4 Metallbalg, 5 Vorpakuumventil, 6 Rotationsvakuumpumpe, 7 Diffusionspumpe, 8 Dampfsperre, 9 Hochvakuumventil, 10 Lufteinlassventil, 11 Hochvakuum-Messgerät V Vorpakuumleitung (Volumen V). Anmerkung: Die Messgeräte 1 und 11 können in einem Kombinationsmessgerät zusammengefasst sein

Soll der Rezipient belüftet werden, so wird zuerst Ventil 9 geschlossen und anschließend das Belüftungsventil 10 geöffnet. Während der Rezipient belüftet wird, bleibt die Treibmittelpumpe geheizt und damit betriebsbereit.

Beim endgültigen Abstellen wird zunächst die Heizung der Treibmittelpumpe abgestellt, dann werden sämtliche Ventile geschlossen und die Vorpumpe abgestellt. Diese wird dabei über das eingebaute Sicherheitsventil belüftet. Ist ein solches in der Pumpe nicht vorhanden, so muss das Belüften über ein zusätzliches Ventil erfolgen. Das Kühlwasser lässt man bei größeren Treibmittelpumpen (etwa ab $S \approx 3000 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$) noch eine Stunde weiterlaufen, weil sich sonst infolge der Wärmekapazität von Heizkörper und Siedegefäß die ganze Pumpe zu stark erwärmt. Die von den Herstellern mitgelieferten Betriebsanleitungen sind stets zu beachten.

Beim Pumpstand mit Umwegleitung kann durch Öffnen des Belüftungsventils 10 die heiße Diffusionspumpe mit belüftet werden, wenn vorher das Hochvakuumventil 9 nicht geschlossen wurde. Dies ist bei einem handbetätigten Pumpstand mit Umwegleitung der häufigste Bedienungsfehler. Eine derartige Fehlbedienung wird durch die Verwendung fernbedienter Ventile, die gegenseitig verriegelt sind, vermieden (Abb. 4). In den meisten Fällen sind die Ventile durch Endkontakte in der Weise verriegelt, dass sich beispielsweise Ventil 2 erst öffnet, wenn sowohl die

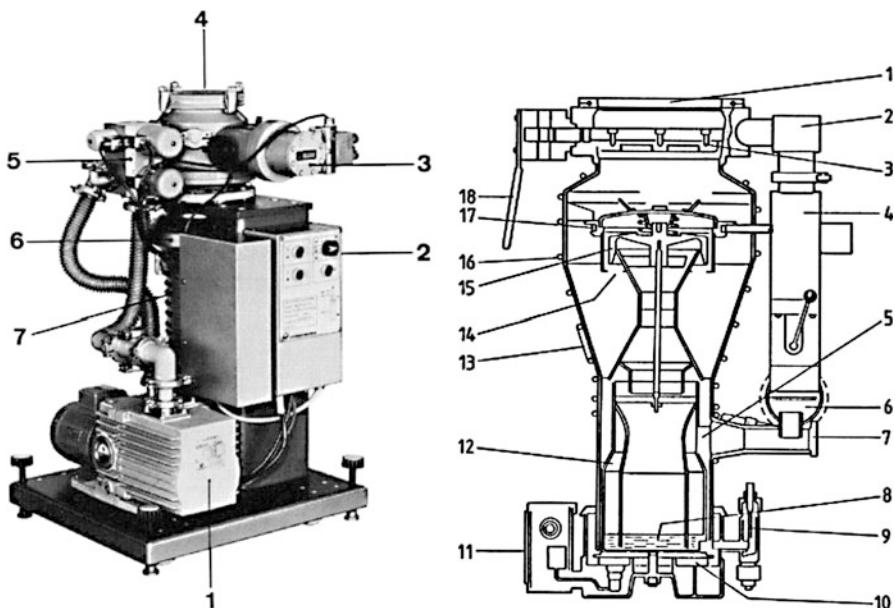


Abb. 4 (a) Fahrbarer Hochvakuumpumpstand mit handbedientem Ventil-Folgeschalter (elektropneumatische Ventile): 1 zweistufige ölgedichtete Rotationsvakuum pumpe ($S_n = 10 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$), 2 Folgeschalter, 3 Hochvakuumventil, 4 Hochvakuumflansch, 5 Ventilblock, 6 Dampfsperre, 7 Wassergekühlte Öldiffusionspumpe ($S_n = 180 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$). (b) Diffstak®-Kompakt-Hochvakuum-pumpstand: 1 Ansaugflansch, 2 Umwegleitung, 3 HV-Ventil, 4 Ventil in Umwegleitung, 5 Ejektorstufe, 6 Vorvakuumanschluss mit Vorvakuumbaffle, 7 Thermoschalter, 8 Treibmittelvorrat, 9 Treibmittelablass und Einfüllvorrichtung, 10 Heizplatte, 11 Klemmenkasten, 12 Ölfraktionierung, 13 Thermosicherheitsschalter, 14 oberste Düse, 15 Düsenhutbaffle, 16 Pumpenkörper mit Kühlschläuche, 17 wassergekühlte Dampfsperre, 18 Handbedienung für HV-Ventil

Ventile 10, 5 als auch das Ventil 9 geschlossen sind. Da sich fernbetätigtes Ventile bei Stromausfall schließen, ist ein Pumpstand nach Abb. 4 gegen Stromausfall hinreichend gesichert.

Alle wesentlichen Bauelemente des in Abb. 3 enthaltenen HV-Systems können direkt an der Diffusionsspumpe montiert werden, so dass sich ein kompakter HV-Pumpstand ergibt (Abb. 4a), an den zur Inbetriebnahme lediglich die Vorvakuumpumpe anzuschließen ist. Einer der wesentlichsten Vorteile eines solchen Kompaktsystems besteht in der Verringerung der Anzahl der Dichtungen. Kommerzielle HV-Kompaktpumpstände sind mit Diffusionsspumpen ausgerüstet, deren Nennsaugvermögen S_n – je nach der verwendeten Pumpe – zwischen 135 und 2000 L/s liegt. Das HV-Ventil (18 in Abb. 4a) kann für Hand- oder pneumatische Betätigung ausgerüstet sein. Anschlussmöglichkeiten für Vakuum-Messköpfe sind vorgesehen.

Sind bei einem Pumpstand mit Umwegleitung nach Abb. 3 oder Abb. 4 die Grobpumpzeiten, während welcher das Vorvakuumventil geschlossen ist, sehr lang, so reicht das Volumen V der Vorvakuumleitung (siehe Abb. 3) unter Umständen

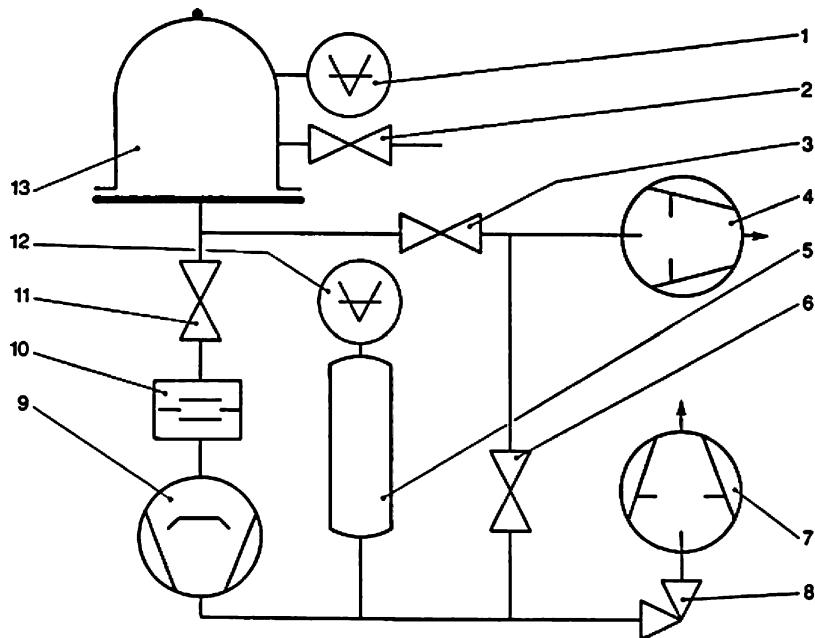


Abb. 5 Hochvakuumpumpstand mit Vorvakuumbehälter und Haltepumpe: 1 HV-Vakuummeter, 2 Lufteinlassventil, 3 Umwegleitungsventil, 4 Vorpumpe, 5 Vorvakuumbehälter, 6 Vorvakuumventil, 7 Haltepumpe, 8 Ventil, 9 Diffusionspumpe, 10 Dampfsperre, 11 HV-Ventil, 12 Vorvakuum-Messgerät, 13 Vakuumkammer

nicht mehr aus, um den Druck in der Vorvakuumleitung unter der Vorvakuumbeständigkeit p_K der Treibmittelpumpe zu halten. Um die Zeiten für das Ansteigen des Drucks in der Vorvakuumleitung bis auf die Vorvakumbeständigkeit zu verlängern, wird das Volumen der Vorvakuumleitung durch Einbau eines sogenannten Vorvakuumbehälters erhöht (Abb. 5).

Manchmal stört es auch, dass die möglicherweise große Vorpumpe bei belüftetem Vakuumbehälter laufen muss. Auch hier kann ein Vorvakuumbehälter eingesetzt werden, oder auch eine sogenannte Haltepumpe, die nur die Vorvakumbeständigkeit der Treibmittelpumpe aufrechterhalten muss und daher klein sein kann. Gelegentlich stören auch die durch die Vorpumpe hervorgerufenen Vibrationen. In diesem Fall wird die Vorpumpe abgeschaltet und die Treibmittelpumpe arbeitet für einige Zeit auf den Vorvakuumbehälter.

Die Größe des Vorvakuumbehälters bzw. der Haltepumpe richtet sich nach dem aus Vorvakuumstutzen der Treibmittelpumpe austretenden Gasstrom. Dieser Gasstrom ist auch bei geschlossenem Hochvakuumventil 11 (völlige Dichtheit vorausgesetzt) keine Konstante, sondern hängt von der Zersetzungseigenschaft und von den Schädigungen des Treibmittels durch abgesaugte Gase und Dämpfe ab.

Kurz nach einem Lufteinbruch ist z. B. der aus dem Vorvakuumstutzen der Treibmittelpumpe austretende Gasstrom größer als normal. Erfahrungsgemäß

treten aber auch bei großen Treibmittelpumpen keine höheren Gasströme als $q_{pV, VL} = 2 \cdot 10^{-3}$ mbar · L · s⁻¹ aus dem Vorvakuumstutzen der Treibmittelpumpe bei verschlossener Ansaugöffnung aus. Dazu kommen noch die Gasabgabe von den Wänden der gesamten Vorvakuumleitung einschließlich des Vorvakuumbehälters sowie der Gasstrom durch Undichtheiten. Die Gasabgabe von den Wänden der Vorvakuumleitung ist klein, weil diese in der Regel von Öl bedeckt sind. Ebenso liegen die Undichtheiten meistens erheblich unter $q_L = 10^{-3}$ mbar · L · s⁻¹ und brauchen deshalb nicht berücksichtigt zu werden.

Der Druckanstieg Δp in der Zeit Δt im Vorvakuumbehälter vom Volumen V beträgt

$$\Delta p = \frac{q_{pV, VL}}{V} \Delta t \quad (3)$$

Mit $q_{pV, VL} = 2 \cdot 10^{-3}$ mbar · L · s⁻¹ erhält man damit eine Zeit von etwa 2 min/L Volumen, bis der Druck auf den Vorvakuumgrenzdruck $p_K \approx 2 \cdot 10^{-1}$ mbar angestiegen ist. Pro Minute Standzeit soll der Vorvakuumbehälter also ein Volumen von etwa einem halben Liter haben. Bei geöffnetem Hochvakuumventil muss das Volumen entsprechend vergrößert werden.

Das Saugvermögen S_H der Haltepumpe errechnet sich aus

$$S_H = \frac{q_{pV}}{p_K} \quad (4)$$

wobei q_{pV} der aus dem Vorvakuumstutzen austretende Gasstrom und p_K die Vorvakumbeständigkeit sind.

Die Haltepumpe wird (Abb. 5) über ein Ventil 8 angeschlossen, das entweder automatisch (bei Fernbedienung) oder von Hand immer dann geöffnet wird, wenn Ventil 6 geschlossen wird.

Am Vorvakuumbehälter wird in der Regel ein Bimetallschalter angeschlossen, durch den bei Erreichen der Vorvakumbeständigkeit p_K die Vorpumpe eingeschaltet und Ventil 6 geöffnet wird. Bei Erreichen von etwa 10^{-2} mbar wird durch denselben Druckschalter Ventil 6 geschlossen und die Vorpumpe abgestellt.

3.2 Hochvakuumpumpstand mit Turbomolekularpumpe

Der Aufbau eines derartigen Pumpstandes ist vergleichsweise einfacher als der eines üblichen HV-Pumpstandes mit Diffusionspumpe, zumal keine Umwegleitung erforderlich ist. Die meist zweistufige Vorvakuumpumpe und die Turbomolekularpumpe können gleichzeitig eingeschaltet werden. Die Turbomolekularpumpe pumpt bereits während des Hochlaufens des Rotors, was zu einer Verkürzung der Evakuierungszeit führt. Zwischen Vorpumpe 8 (Abb. 6) und Federbalg 9 wird häufig eine (Öl-)Adsorptionsfalle eingebaut. Die Wahl der „richtigen“ Vorpumpe kann mittels eines Diagramms analog zu Abb. 2 erfolgen,

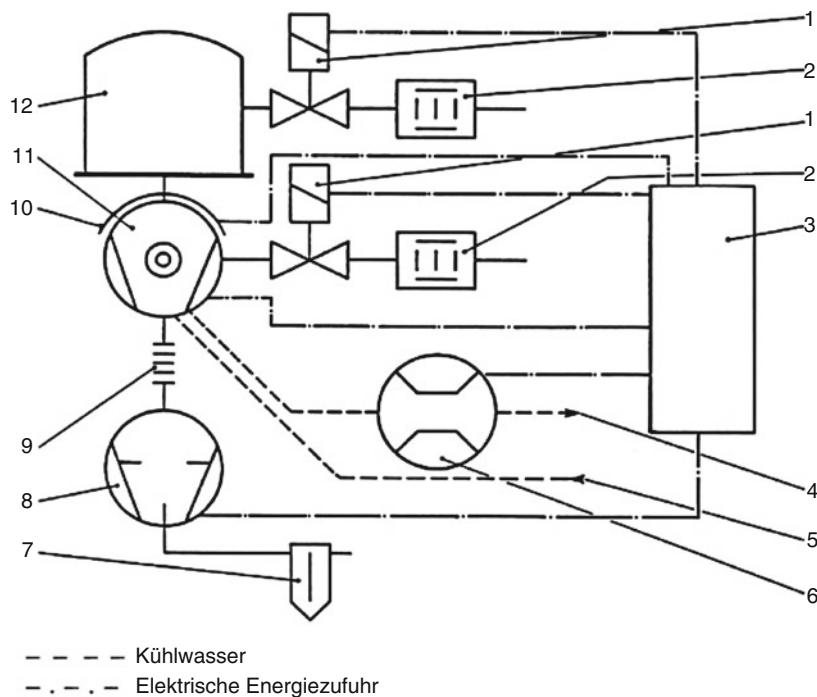


Abb. 6 HV-Pumpstand mit Turbomolekularpumpe: 1 Lufteinlassventil, 2 Sorptionsfalle, 3 Pumpstandregelung, 4 Kühlwasserausgang, 5 Kühlwassereingang, 6 Kühlwasserwächter, 7 Ölabscheider, 8 Vorpumpe, 9 Federbalg, 10 Heizmanschette, 11 Turbomolekularpumpe, 12 Vakuummeter

wobei für die „Vorvakuumbeständigkeit VB (Druck p_K)“ jener Vorvakuum-Ansaugdruck zu wählen ist, bei dem das Kompressionsverhältnis der Turbomolekularpumpe stark abzufallen beginnt (siehe z. B. Abb. 24 in ► Abschn. 6.3 in Kap. 19, „Molekular- und Turbomolekularpumpen“).

Zum Erzeugen extrem niedriger Drücke (bis in das UHV-Gebiet) muss nicht nur die Vakuumkammer, sondern auch der obere Teil der Turbomolekularpumpe ausgeheizt werden. Hierzu dient die Heizmanschette 10.

Zum Belüften des Pumpstandes dient das Lufteinlassventil 1 (mit vorgeschalteter Sorptionsfalle 2) in einer der beiden mit Abb. 6 eingetragenen Positionen.

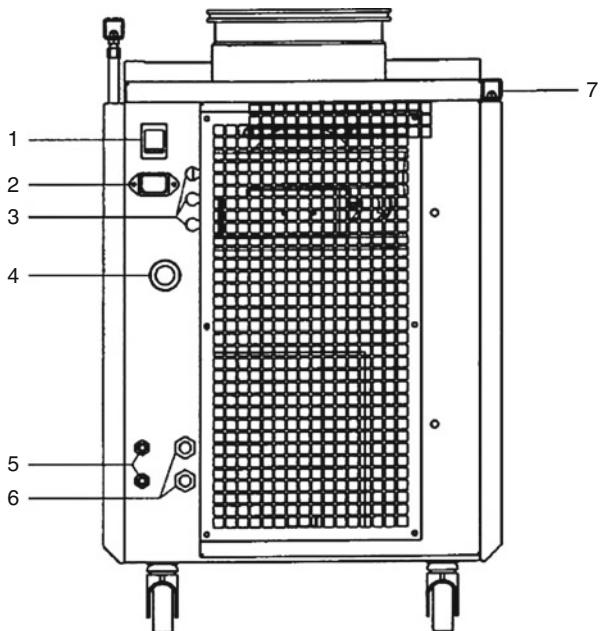
Hochvakuumpumpstände mit kleinen Turbomolekularpumpen ($S_n < 500 \text{ L/s}$) werden in Abhängigkeit der Umgebungstemperatur entweder mit Luftkühlung oder mit Wasserkühlung (4, 5, 6) betrieben. Die entsprechenden Grenztemperaturen sind den Betriebsanleitungen der Hersteller zu entnehmen. Hochvakuumpumpstände mit großen Turbomolekularpumpen ($S_n > 500 \text{ L/s}$) müssen mit Wasserkühlung betrieben werden.

Abb. 7 zeigt einen fahrbaren HV-Pumpstand mit Turbomolekularpumpe, dessen wichtigsten technischen Daten und Abmessungen in der Bildunterschrift angegeben sind. Die Anschlüsse des Pumpstandes sind in Abb. 8 wiedergegeben.

Abb. 7 Fahrbarer Hochvakuumpumpstand mit Turbomolekularpumpe.
Hauptabmessungen in mm:
 $B \times T \times H: 392 \times 400 \times 609$,
1 Hochvakuum-Anschluss,
2 Turbomolekularpumpe
($S_n=500 \text{ L/s}$), 3 Pumpstand
Steuergerät, 4 zweistufige,
ölgedichtete
Drehschieberpumpe
($S_n=5 \text{ m}^3/\text{h}$)



Abb. 8 Anschlüsse des Stands aus Abb. 7. 1 Schalter ein/aus, 2 Netzanschluss, 3 Messkabeldurchführung, 4 Auspuff, 5 Anschlüsse für Sperrgas und Flutgas, 6 Anschlüsse für Wasserkühlung, 7 Transportgriff



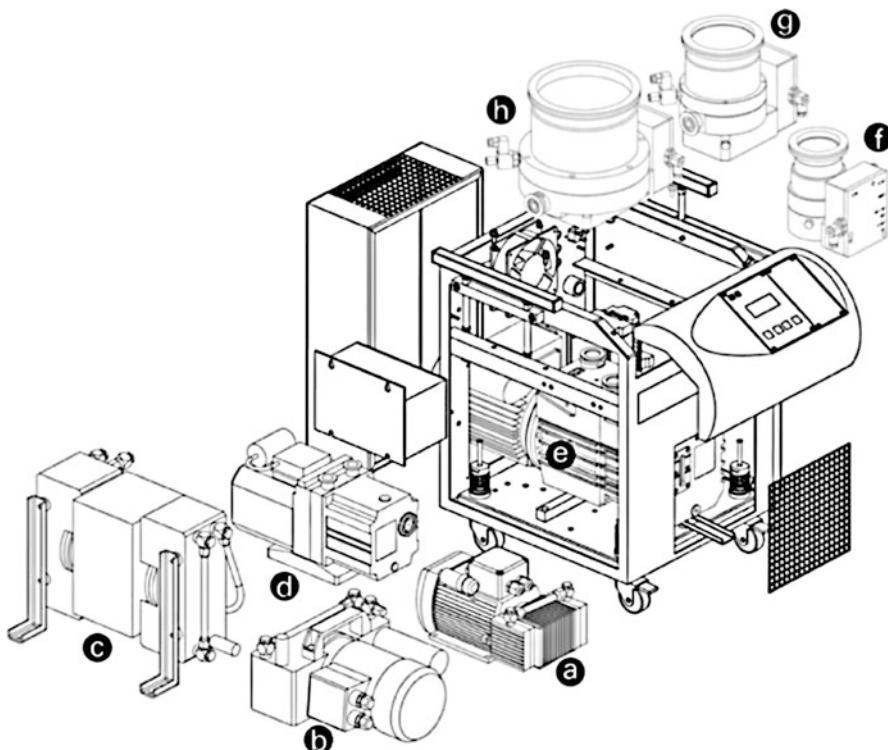


Abb. 9 Konfigurationsmöglichkeiten eines modular aufgebauten Hochvakuumpumpstandes mit Turbomolekularpumpe: *a* zweistufige Membranpumpe ($S_n=0,9 \text{ m}^3/\text{h}$), *b* zweistufige Membranpumpe ($S_n=2,1 \text{ m}^3/\text{h}$), *c* vierstufige Membranpumpe ($S_n=3,3 \text{ m}^3/\text{h}$), *d* zweistufige Drehzscheberpumpe ($S_n=2,5 \text{ m}^3/\text{h}$), *e* zweistufige Drehzscheberpumpe ($S_n=5$ oder $10 \text{ m}^3/\text{h}$), *f* Turbomolekularpumpe ($S_n=33$ oder 60 L/s), *g* Turbomolekularpumpe ($S_n=210 \text{ L/s}$), *h* Turbomolekularpumpe ($S_n=300$ oder 500 L/s)

Moderne Hochvakuumpumpstände sind modular aufgebaut (Abb. 9) und bieten die Möglichkeit, den Pumpstand auf die jeweilige Anwendung abzustimmen. Turbomolekularpumpe, Steuerung und Vorpumpe können entsprechend der Anwendung ausgewählt werden und bilden, montiert in einem geschlossenen, fahrbaren Gehäuse eine anschlussfertige und vollautomatisch arbeitende Pumpeinheit. Auf der Vorderseite befindet sich ein Anzeigegerät mit Tastatur. Alle elektrischen Anschlüsse sind auf der Rückseite zusammengefasst (Abb. 8).

Über serielle Schnittstellen können Betriebszustände und Fehlermeldungen abgefragt und Betriebsparameter eingestellt werden. Darüber hinaus kann eine Fernbedienung angeschlossen werden.

Die Einzelkomponenten sind durch einfaches Abnehmen der Seitenteile gut zugänglich, z. B. zum Ölwechsel der Drehzscheberpumpe, oder zum Ausbau der Turbomolekularpumpe aus dem Gehäuse und Anschluss an einen Rezipienten.

3.3 Der vollautomatische Hochvakuumpumpstand

Pumpstände, die mit elektromagnetischen oder elektropneumatischen Ventilen ausgerüstet sind, werden mit Pumpstandsteuergeräten vollautomatisch und funktionsgerecht gesteuert. Das in Abb. 10 dargestellte Gerät ist eine mikroprozessorgesteuerte Pumpstandssteuerung für Hochvakuumpumpstände. Sie ist für Diffusions-, Turbomolekular- und Kryopumpstände universell einsetzbar. In Verbindung mit den im Pumpstand integrierten Kontroll- und Überwachungsgeräten ermöglicht das Steuergerät den vollautomatischen Ablauf vorgewählter Programme. Das gewünschte Programm wird über Tasten an der Frontplatte oder die Fernsteuereingänge vorge wählt und unter Berücksichtigung der entsprechenden Sicherheitsvorkehrungen folgerichtig durchgeführt. Über die Tasten auf der Frontplatte können bis zu fünf druckabhängige Schalt punkte frei programmiert werden, deren folgerichtiger Ablauf von der Mikroprozessor-Steuerung überwacht wird. Eventuelle Störungen werden direkt am Display in Klartext kenntlich gemacht.

Das Steuergerät verfügt über parallel geschaltete Ein- und Ausgänge zur Fernsteuerung der Programmabläufe und zur Weiterverarbeitung von Signalen (z. B. Meldung der Schaltzustände von Bauteilen, Druckwerten usw.). Der Status aller Ein- und Ausgänge kann jederzeit über das Display abgefragt werden.

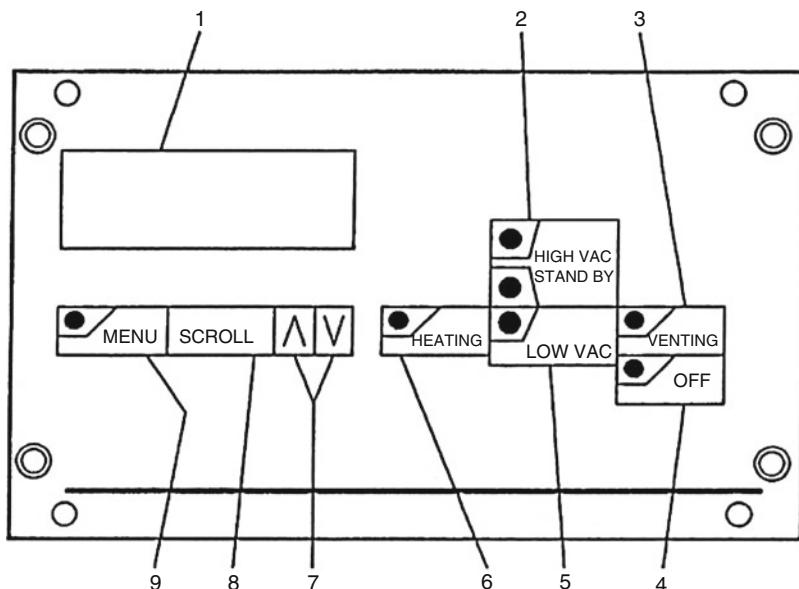
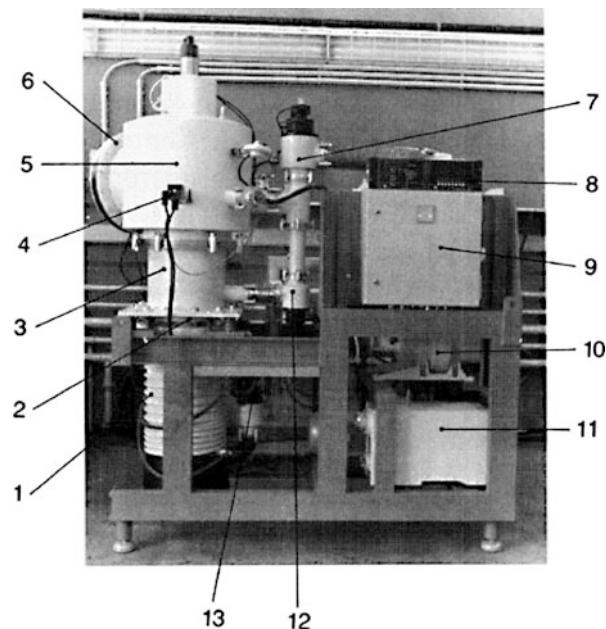


Abb. 10 Hochvakuum-Pumpstand-Steuergerät: 1 LCD-Display, 2 Taste für ein Hochvakuum-Programm und Betriebsbereitschaft, 3 Taste für Belüften des Pumpstandes, 4 Taste zum Abschalten des Pumpstandes, 5 Taste für Vorvakuum-Programm, 6 Taste für Ausheizen mittels einer ange schlossenen Ausheizeinrichtung, 7 Tasten für Bewegung des Cursors, 8 Taste für Umblättern innerhalb des Menüs, 9 Taste für Menü-Wahl

Abb. 11 Vollautomatischer Hochvakuumpumpstand mit Oldiffusionspumpe:
 1 Oldiffusionspumpe ($S_n=6000$ L/s),
 2 wassergekühlte Öldampfsperre,
 3 Zwischenstück,
 4 Belüftungsventil DN 10, 5 Eckventil DN 400, 6 Verbindungsflansch DN 400 zum Anschluss der Vakuumkammer,
 7 „Bypass“-Ventil DN 100, 8 Elektronisches Steuergerät, 9 Netzgerät, 10 Wälzkolbenpumpe ($S_n=500$ m³/h), 11 einstufige Drehschieberpumpe ($S_n=160$ m³/h), 12 Eckventil (Drosselventil) DN 65, 13 Eckventil (Vorvakuum) DN 65



Der Pumpstand kann mit einem zusätzlichen Steuergerät (Abb. 10) erweitert werden, mit dem z. B. Hochvakuumventile angesteuert und Signale von Druckmessröhren (0 V–10 V) verarbeitet werden können. Als weiteres Zubehör ist ein Netzgerät verfügbar, das die Spannungsversorgung des Steuergerätes sowie die Versorgung der entsprechenden Pumpstandkomponenten übernehmen kann.

Bei automatisierten HV-Pumpständen, die mit einer Diffusionspumpe ausgerüstet sind, ist zusätzlich eine Temperatur-Überwachungseinrichtung erforderlich. Abb. 11 zeigt die wichtigsten Komponenten einer vollautomatischen Hochvakumanlage mittlerer Größe, mit Diffusionspumpe, ohne Vakuumkammer.

4 Auspumpzeit

Bei Hochvakumanlagen gilt für die Auspumpzeit t_p bis zum Druck p mit für alle Praxis meist ausreichender Genauigkeit die Gl. 23–27 in ► Abschn. 9.5 in Kap. 35, „Arbeitstechnik im Grob- und Feinvakuum“, wobei allerdings in Gl. 24 für S_{eff} das Saugvermögen der Vorpumpe S_V und für den Druck p der Druck p_V einzusetzen ist, bei dem die Hochvakuumpumpe (Diffusionspumpe oder Turbomolekularpumpe) zugeschaltet wird. Gl. 24 in ► Kap. 35, „Arbeitstechnik im Grob- und Feinvakuum“ liefert die sogenannte Grobpumpzeit.

Die Auspumpzeit im Hochvakuum wird sehr stark von den Ausgasungsströmen beeinflusst. Durch Erwärmen der gasabgebenden Flächen wird die Entgasung beschleunigt und die Pumpzeit stark verkürzt. Schon ein Erwärmen auf $\vartheta \approx 70$ °C, was bei kleinen Apparaturen mit einem Industriefön, bei größeren Rezipienten mit

Heißwasser in geeignet angebrachten Rohrleitungen oder mit elektrischen Heizbändern bewerkstelligt werden kann, setzt den Entgasungsstrom in der Regel um etwa eine Zehnerpotenz herauf und Entgasungszeit und Pumpzeit dementsprechend herab.

Einige Forschungs- und Fertigungsverfahren, die Hochvakuum- oder Ultrahochvakuumbedingungen voraussetzen, haben gezeigt, dass neben einem niedrigen Totaldruck vor allem den Restgaskomponenten des „Vakuums“ entscheidende Bedeutung zukommt. Das Vorhandensein von Kohlenwasserstoffen, Sauerstoff, Kohlendioxid, Kohlenmonoxid und Methan im Arbeitsraum wirkt sich in vielen Fällen negativ auf Qualität und Lebensdauer der im Vakuum behandelten Produkte aus und beeinträchtigt oder verhindert die Durchführung von Untersuchungen, insbesondere das Erzielen reproduzierbarer Ergebnisse. Vor allem in der Halbleiterindustrie, in der Aufdampf- und Zerstäuber-(Sputter-)Technik, bei der Herstellung von Röntgenröhren sowie bei der Herstellung von Bildwanderröhren werden „sauere“ Vakua ohne die genannten Restgaskomponenten benötigt.



Karl Jousten

Zusammenfassung

Es wird zusammengefasst, welche Voraussetzungen zur Erzeugung von Ultrahochvakuum nötig sind. Ein Ausheizen der Apparatur ist unumgänglich. Die Ausgasung von Wasserstoff aus den Kammerwänden bestimmt in der Regel den Restdruck. Der Inhalt dieses Kapitels wurde vor allem [1] entnommen.

1 Überblick

Die im UHV sehr kleinen Gasdrücke (bzw. Gasdichten) lassen sich nur erzielen und aufrechterhalten, wenn

- die Gesamtleckrate extrem klein ist
- die Ausgasungsströme sehr klein sind,
- die Pumpenrückwirkung, z. B. die Treibmittelrückströmung (Diffusionspumpen) oder
- das Wiederfreiwerden bereits gepumpter Gase (Ionizerstäuber-, Kryopumpen), praktisch Null sind.

Niedrige Ausgas- und Desorptionsraten lassen sich nur erfüllen, wenn der UHV-Teil der Gesamtapparatur – einschließlich daran befestigter oder sich anschließender Bauelemente – auf hohe Temperaturen ($\vartheta > 100^\circ\text{C}$) ausheizbar sind. In der UHV-Technik werden daher vorzugsweise aus Edelstahl gefertigte Bauele-

K. Jousten (✉)

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin, Deutschland

E-Mail: karl.jousten@ptb.de

mente (Vakuumbehälter, Ventile, Rohrleitungen), speziell konstruierte Druckmesssysteme, mit VitonTM oder Metallen (Cu, Al, In) gedichtete Flanschverbindungen, keramische Stromdurchführungen und Spezialsichtfenster verwendet. Zum Erzeugen und Aufrechterhalten von UHV dienen ganz oder teilweise ausheizbare

- Turbomolekularpumpen
- Ionengetterpumpen
- Titan-Verdampferpumpen (Sublimationspumpen)
- Volumengetterpumpen (NEG-Pumpen)
- Kryopumpen
- Adsorptionspumpen und trockene Verdrängerpumpen (als Vorpumpen)

und Kombinationen solcher Pumpen.

Die Verwendung der genannten Bauelemente allein gewährleistet noch nicht ein erfolgreiches Arbeiten im Gebiet extrem kleiner Gasdrücke. Es sind vielmehr sowohl beim Zusammenbau einer UHV-Apparatur als auch bei deren Betrieb zahlreiche Regeln und Verfahrensweisen zu beachten, die in diesem Abschnitt beschrieben werden sollen.

Leckrate und Pumpenrückwirkung lassen sich bei den oben genannten Pumparten mit sorgfältig ausgeführten nicht lösbaren und lösbarer Verbindungen hinreichend klein halten.

Bei Metallen sinkt die Ausgasungsstromdichte nach ein- bis zweistündigem Ausheizen bei etwa 450 °C nach dem Abkühlen auf etwa 10^{-8} bis 10^{-9} mbar · L · s⁻¹ · m⁻² (vgl. auch ► [Abschn. 3.3 im Kap. 31, „Werkstoffe in der Vakuumtechnik“](#)); jedoch erreicht man im Allgemeinen auch schon durch allerdings längeres Ausheizen bei $\vartheta \approx 300$ °C Ausgasungsstromdichten der Größenordnung 10^{-8} mbar · L · s⁻¹ · m⁻². Bei Gläsern werden nach längerem Ausheizen bei 450 °C sogar Ausgasungsstromdichten von etwa 10^{-10} mbar · L · s⁻¹ · m⁻² erzielt. Stark verallgemeinernd und zusammenfassend kann man sagen:

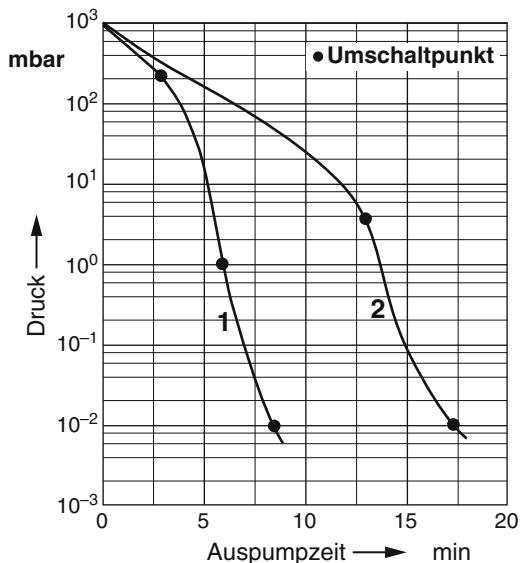
Jeweils 100 K Erhöhung der Ausheiztemperatur setzen die Ausgasungsstromdichte um jeweils eine Zehnerpotenz herab.

Die meisten UHV-Apparaturen sind Ganzmetallapparaturen, wobei vor allem Edelstahl und Al-Legierungen [2, 3] erfolgreich eingesetzt werden. Nur noch in Ausnahmefällen werden Glasapparaturen verwendet.

2 UHV-Pumpen: Betriebshinweise

In der UHV-Technik kommt es nicht nur darauf an, extrem kleine Drücke in möglichst kurzer Zeit zu erzeugen und dann aufrecht zu erhalten, vielfach wird zusätzlich gefordert, dass das Restgas frei von Kohlenwasserstoffen ist. Aus diesem Grunde werden zur UHV-Erzeugung völlig oder nahezu völlig ölfreie Pumpsysteme benutzt.

Abb. 1 Auspumpzeit eines 180-L-Behälters mit Adsorptionspumpen (ASP) und Trockenläufer (TL, Pumpe mit ölfreiem Pumpraum). Pumpintervalle der Kurve 1: 1000 mbar–200 mbar TL, 200 mbar–1 mbar, ASP 1, 1 mbar– 10^{-2} mbar ASP2; Vorkühlzeit der ASP etwa 10 min. Pumpintervalle der Kurve 2: 1000 mbar–4 mbar ASP1, 4 mbar– 10^{-2} mbar ASP2; Vorkühlzeit der ASP etwa 25 min



2.1 Adsorptionspumpen

Bei größeren Behältern sollten mehrere Adsorptionspumpen (ASP) in der Weise verwendet werden, dass für je 30 L Kesselvolumen mindestens eine ASP DN 20 den Druck im Kessel vom Atmosphärendruck zunächst bis auf einige mbar reduziert. Nachdem diese gesättigten ASP durch Ventile vom Behälter abgesperrt worden sind, wird ein bisher geschlossenes Ventil zu einer weiteren ASP mit noch sauberem Adsorbens geöffnet. Auf diese Weise sind Drücke kleiner als 10^{-2} mbar ohne Schwierigkeiten zu erreichen.

Die Pumpzeit kann wesentlich verringert werden, wenn man neben den Adsorptionspumpen noch eine trockenlaufende Rotationspumpe verwendet. Dies zeigt Abb. 1.

Der mit ASP erzielbare Enddruck wird in erster Linie durch jene Gase bestimmt, die sich zu Beginn eines Pumpprozesses (meist atmosphärische Luft) im Behälter befinden und schlecht oder gar nicht adsorbiert werden, wie He und Ne (siehe auch Abb. 3 im ► Kap. 20, „Passive Sorptionspumpen“).

2.2 Ionenzerstäuberpumpen

Ionenzerstäuberpumpen (► Abschn. 2 im Kap. 21, „Aktive Sorptionspumpen“) werden häufig in UHV-Anlagen verwendet. Sie sind dann mit einem metallgedichteten Flansch versehen und zur Verringerung der Eigengasabgabe auf höhere Temperaturen ausheizbar: mit angebautem Magnet bis $\vartheta = 350$ °C, bei abgenommenen Magnet bis $\vartheta = 450$ °C. Ionenzerstäuberpumpen werden häufig zusammen mit

einer (integrierten) Titanverdampferpumpe verwendet, die ein sehr hohes Saugvermögen für Wasserstoff besitzt.

Ionenerständerpumpen müssen je nach den Betriebsverhältnissen von Zeit zu Zeit gereinigt und bei Änderung der Getterfähigkeit (des Saugvermögens) regeneriert werden.

Die Anwesenheit von Kohlenwasserstoffen wirkt sich auf die Funktion von Ionenerständerpumpen ungünstig aus. In der Gasentladung und an der Titanoberfläche werden Krackprodukte gebildet, die die Kathodenoberflächen verschmutzen und die Titanerstädigung behindern. Vakuumanlagen mit Ionenerständerpumpen sollen deshalb zumindest kalt mit fettfreien organischen Lösungsmitteln gereinigt, besser noch dampfentfettet werden. Auch fettgedichtete Verbindungen (Schliffe) sind nachteilig.

Eine Ionenerständerpumpe, die durch Kohlenwasserstoffe (Öldämpfe, Vakuumfett) verschmutzt ist, kann durch Ausheizen bei $\vartheta = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ gereinigt werden. Dabei müssen die freiwerdenden Kohlenwasserstoffe mit einer anderen Pumpe abgepumpt werden, wobei die Ionenerständerpumpe während des Ausheizens nicht in Betrieb ist. Zur gründlichen Reinigung der Elektroden kann anschließend bei einem Druck $p = 1 \cdot 10^{-6}\text{ mbar}$ Sauerstoff oder Luft und anschließend Argon eingeslassen werden.

Falls das Saugvermögen und der Enddruck einer Ionenerständerpumpe durch Ausheizen nicht ausreichend wieder hergestellt werden kann, müssen Pumpengehäuse und – bei nicht zu starker Abnutzung der Kathodengitter – Anoden der Elektrodensysteme gereinigt werden. Elektrodensysteme mit stark abgenutzten Kathodengittern sollen gegen neue Systeme ausgewechselt werden.

Beim Reinigen von Pumpengehäuse und Elektroden sollte auch die Hochspannungsstromdurchführung auf ihre Isolierfähigkeit überprüft werden. Die Stromdurchführung ist leicht demontierbar und kann daher, falls dies notwendig ist, ausgetauscht werden.

2.3 Titanverdampferpumpen

Titanverdampferpumpen (► Kap. 20, „Passive Sorptionspumpen“) werden vor allem in Kombination mit Ionenerständerpumpen und Turbomolekularpumpen verwendet. Wegen des begrenzten Titanvorrats werden diese Pumpen meist im intermittierenden Betrieb verwendet. Verdampfungs- und Pausenzeiten werden am Netzgerät eingestellt. Die Verdampfungszeit (typische Werte liegen zwischen 5 s und 5 min) wird vor dem Versuchsablauf vorgewählt. Die Wahl der Pausenzeiten richtet sich nach dem Druck und dem Gasanfall. Kurze Pausen können dazu führen, dass der Getterschirm nach jeder Bedampfung nicht genug abkühlen kann. Er wird mit der Zeit wärmer und die Gasabgabe steigt an. Lange Pausen führen zu einer Sättigung der Getterschicht, so dass die Pumpenwirkung nachlässt.

Als Richtwerte bei geringem Gasanfall können folgende Werte dienen:

Druck [mbar]	Pausenzeit
$1 \cdot 10^{-5}$	wenige Minuten
$1 \cdot 10^{-7}$	wenige Minuten
$1 \cdot 10^{-9}$	10–30 Minuten
$1 \cdot 10^{-10}$	einige Stunden

Die Verdampfungsrate wird durch die Heizstromstärke des Verdampfers bestimmt. Diese kann auf verschiedene Werte eingestellt werden. Ungebrauchte Verdampferwendeln geben beim ersten Gebrauch sehr viel Gas ab. Deshalb sollte der Strom bei der Erstinbetriebnahme einer Verdampferwendel sehr langsam hochgeregelt werden. Wenn der Druck zu hoch ansteigt, sollte mit der Vorvakuumpumpe abgepumpt werden. Bei der Verwendung von mehreren neuen Verdampferwendeln empfiehlt es sich, diese unmittelbar nacheinander zu entgasen.

Wenn sich nach längerer Betriebszeit der erreichbare Enddruck erhöht; müssen die aufgedampften Titanschichten entfernt werden. Dazu sind die Schirmbleche auszubauen. Der Getterschirm und die Bleche werden am besten mit einer Drahtbürste (möglichst Edelstahl) oder durch Sandstrahlen gereinigt.

2.4 Turbomolekularpumpen

Zum Erzeugen von UHV werden Turbomolekularpumpen (► Kap. 19, „Molekular- und Turbomolekularpumpen“) mit einem metallgedichteten Anschlussflansch und mit einem abnehmbaren Ausheizmittel eingesetzt.

Typische Auspumpkurven, die zu Behälterdrücken im Ultrahochvakuum führen, zeigt Abb. 25 in ► Abschn. 6.3 in Kap. 19, „Molekular- und Turbomolekularpumpen“. Insbesondere beim Arbeiten im UHV ist zu beachten, dass beim ersten Auspumpen einer mit frischem Öl gefüllten Turbomolekularpumpe am Anfang eine heftige Ölentgasung stattfindet, die mehrere Stunden dauern kann. Aus diesem Grund sollte die Turbomolekularpumpe erst in Betrieb genommen werden, wenn der erforderliche Vorvakuumdruck erreicht ist. Danach haben im Öl vorrat aufsteigende Gasblasen keinen Einfluss mehr auf das UHV.

2.5 Kryopumpen

Alle drei Typen von Kryopumpen (► Kap. 22, „Kryotechnik und Kryopumpen“) – Badkryopumpen, Verdampferkryopumpen und Refrigeratorpumpen – werden zum Erzeugen von UHV verwendet. Enddrücke $p < 10^{-4}$ mbar sind auch beim Abpumpen von Wasserstoff erreichbar, selbst bei Temperaturen der Kaltfläche $T > 4,2$ K, solange diese mit einer Kohleschicht als Adsorbens versehen ist. Bei den beiden erstgenannten Kryopumptypen ist auf den Heliumverbrauch, den Verbrauch an flüssigem Stickstoff – sofern dieser verwendet wird – und vor allem auf die von der

Gasart abhängige „Kapazität“ der Pumpe zu achten. UHV-Kryopumpen sind mit CF-Flanschen ausgerüstet oder mittels Schweißen direkt mit dem Rezipienten verbunden.

2.6 Volumengetter-(NEG-)Pumpen

Volumengetter-(NEG-)Pumpen (► Kap. 20, „Passive Sorptionspumpen“) werden als sogenannte „Flachgetter“ in Forschungsanlagen und in industriellen Anwendungen, z. B. Elektronennikroskopien eingesetzt. Das nachfolgende Beispiel [4] soll den Einsatz von NE-Flachgettern erläutern.

Der Basisdruck (Restgasdruck) einer Forschungsanlage beträgt 10^{-10} mbar. Dieser sehr niedrige Druck kann von einem konventionellen Vakuumpumpstand mit einem effektiven Saugvermögen von $S_{\text{eff}} = 1000 \text{ L/s}$ aufrechterhalten werden, was einer Gasabgaberate des Systems von $1 \cdot 10^{-7} \text{ mbar L/s}$ entspricht. Zur Durchführung des Sputter-Prozesses wird eine Argon-Atmosphäre mit einem Druck von $3 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ Argon benötigt. Um diesen Druck bei einem in die Prozesskammer eingelassenen Argon-Strom von $40 \text{ cm}^3 (p_n, T_n)$ je min aufrechtzuerhalten, muss das effektive Saugvermögen des Vakuumpumpensystems von 1000 L/s auf 170 L/s gedrosselt werden [5]. Da die Gasabgaberate des Systems durch die Anwesenheit des relativ dünnen Argonstromes praktisch nicht verändert wird, hat die Drosselung des Saugvermögens einen Anstieg des Restgasdruckes auf $2,4 \cdot 10^{-9} \text{ mbar}$, also auf das 24-fache zur Folge. Hinzu kommen noch die Argongas enthaltenen Verunreinigungen, so dass insgesamt eine um etwa eine Zehnerpotenz zu hohe Verunreinigung des Sputtergases vorhanden ist. Eine ideale Möglichkeit zur Verringerung dieser Verunreinigung bietet der (zusätzliche) Einsatz eines NE-Getters *am Ort* (in situ) des Wafers, so dass das volle Saugvermögen des NE-Getters (pumpt nicht Argon) zur Verfügung steht.

3 Dichtungen

Im Ultrahochvakuum-Bereich muss auf die Verwendung von Elastomeren als Dichtelement verzichtet werden. Hier macht sich nicht nur der Permeationsgasstrom störend bemerkbar, sondern auch die verhältnismäßig geringe Wärmebeständigkeit der Elastomere. UHV-Apparaturen sollten bei Temperaturen über $\vartheta = 180 \text{ }^\circ\text{C}$ ausgeheizt werden können, so dass an ihnen nur noch Metalldichtungen (► Kap. 32, „Verbindungen der Vakuumtechnik“) verwendet werden.

4 Druckmessung

Zur Druckmessung im Ultrahochvakuumgebiet [6, 7] stehen Ionisationsvakuummeter (► Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“) zur Verfügung. Vielfach wird die von Bayard-Alpert angegebene Messröhre benutzt. Zu berücksichtigen sind die

im ► [Abschn. 6 in Kap. 25, „Ionisationsvakuummeter“](#) gegebenen Hinweise (Dissoziation an heißen Kathoden, Pumpwirkung der Röhre, Orientierung, ESD usw.).

5 Auspumpzeit, Enddruck und Evakuierungstechnik

Die Auspumpzeit nicht ausgeheizter Ultrahochvakuumanlagen kann näherungsweise aus den Gl. 23–27 im ► [Abschn. 9.5 in Kap. 35, „Arbeitstechnik im Grob- und Feinvakuum“](#), bestimmt werden. Die Auspumpzeit ausgeheizter Ultrahochvakuumanlagen hängt sehr stark von der erreichbaren Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeit der Anlage ab, so dass keine allgemeingültigen Angaben gemacht werden können. Besonders rasch kann dann aufgeheizt und abgekühlt werden, wenn die beteiligten Massen klein sind. Der mit einer Ultrahochvakuumanlage erreichbare Enddruck kann aus Gl. 25 im ► [Kap. 35, „Arbeitstechnik im Grob- und Feinvakuum“](#) abgeschätzt werden.

Nicht ausgeheizte Ultrahochvakuumanlagen, die stets mit einer zusätzlichen Kryopumpe ausgerüstet sind, werden zuerst mit einem Pumpstand mit Turbomolekularpumpe evakuiert. Bei etwa 10^{-4} mbar wird dann die Kryopumpe hinzugeschaltet.

Ausheizbare Ultrahochvakuumanlagen, die mit Zerstäuberpumpen betrieben werden, heizt man bei eingeschalteter Ionengetterpumpe aus.

Ausheizbare Ultrahochvakuumanlagen, die mit Verdampferpumpen betrieben werden, heizt man bei laufender Hilfspumpe aus und trennt diese anschließend ab. Der Grund für dieses Vorgehen liegt darin, dass es bei der relativ geringen Getterkapazität ungünstig, zum Teil sogar unmöglich ist, die beim Ausheizen freiwerdenden Entgasungsströme mit der Ionengetterpumpe zu bewältigen.

Soll eine Ionenzerstäuberpumpe möglichst kleine Drücke der Größenordnung 10^{-11} mbar in kurzer Zeit erreichen, so ist sie bereits bei verhältnismäßig hohem Startdruck, d. h. bei $1 \cdot 10^{-2}$ mbar, einzuschalten. Der hierbei auftretende große Entladungsstrom bewirkt eine Erwärmung und Ausheizung der Innenteile der Pumpe, was die Ausgasungsströme stark reduziert und dadurch das Erreichen kleinster Drücke erleichtert.

Beim Ausheizen von Ultrahochvakuumanlagen, die mit Diffusionspumpen betrieben werden, muss der Ölfänger mit ausgeheizt werden. Bevor der Vakuumbehälter abgekühlt wird, muss der Ölfänger wieder die normale Betriebstemperatur erreicht haben, da er andernfalls erhebliche Treibmittel Mengen passieren lässt. Werden zwei in Serie geschaltete Ölfänger nach dem Ausheizen wieder in Betrieb genommen, so wird bei noch auf Ausheiztemperatur befindlicher Apparatur zunächst der pumpennähere, mit Wasser betriebene Ölfänger auf die Temperatur des Kühlwassers abgekühlt und dann der pumpenferne, mit z. B. flüssigem Stickstoff betriebene Ölfänger. Sobald dieser seine volle Wirksamkeit erreicht hat, wird die eigentliche Apparatur abgekühlt.

6 Belüften

Sind in der Apparatur Kryopumpen – oder andere gekühlte Flächen – vorhanden, so müssen sie vor dem Belüften mindestens auf Raumtemperatur erwärmt werden. Ultrahochvakuumanlagen werden zum Vermeiden der Wasserdampfaufnahme zweckmäßig mit getrockneter Luft oder reinem Stickstoff belüftet.

7 Ultrahochvakuum-Systeme

Zu diesen zählen einfach aufgebaute, kostengünstige UHV-Systeme, die zumeist in der Industrie Verwendung finden. Zu den kostenintensiven UHV-Systemen zählen Beschleunigeranlagen der Elementarteilchen-Großforschung, mit bis zu Tausend und mehr Vakumpumpen verschiedenster Art sowie den dazugehörigen Bauelementen zum Messen und Regeln.

Die meisten der hier eingesetzten Pumpen, Messsysteme und Bauelemente sind in den vorangegangenen Abschnitten bereits beschrieben worden, so dass in den folgenden Abschnitten eine kurze Zusammenfassung mit zusätzlichen Anmerkungen genügen sollte, zumal das Literaturverzeichnis weiterführende speziellere Informationen enthält, die den gegenwärtigen Stand der in steter Weiterentwicklung befindlichen UHV-Technik noch deutlicher macht.

8 Ultrahochvakuum-(UHV-)Bauelemente

Zu den UHV-Bauelementen gehören (► Kap. 33, „Bauelemente der Vakuumtechnik“)

- CF-Flansche
- mit Flanschen versehene Rohr-, Winkel-, T- und Kreuzstücke
- Federungskörper
- Ventile
- Einblickfenster und
- Durchführungen.

Zu weiteren Details sei auf das ► Kap. 33, „Bauelemente der Vakuumtechnik“ verwiesen.

9 Ultrahochvakuum-(UHV-)Pumpstände

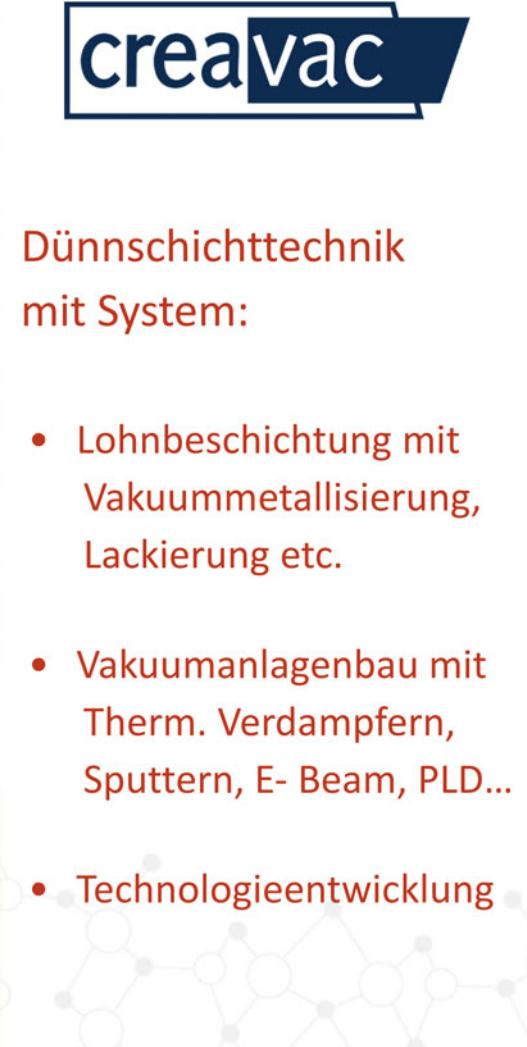
UHV-Rezipienten werden vorzugsweise durch Pumpenkombinationen gemäß Tab. 1 evakuiert. Die wichtigsten Schritte des Auspumpvorgangs sollen anhand des in Abb. 2 dargestellten UHV-Pumpstandes wiedergegeben werden, dessen Aufbau in dem Schema Abb. 3 angegeben ist.



creavac

Dünnschichttechnik mit System:

- Lohnbeschichtung mit Vakuummetallisierung, Lackierung etc.
- Vakumanlagenbau mit Therm. Verdampfern, Sputtern, E- Beam, PLD...
- Technologieentwicklung



Creative Vakuumbeschichtung GmbH

Löbtauer Straße 65-71
D- 01159 Dresden

Telefon: +49 351 21838-0
Telefax: +49 351 21838-19

E-Mail: info@creavac.de

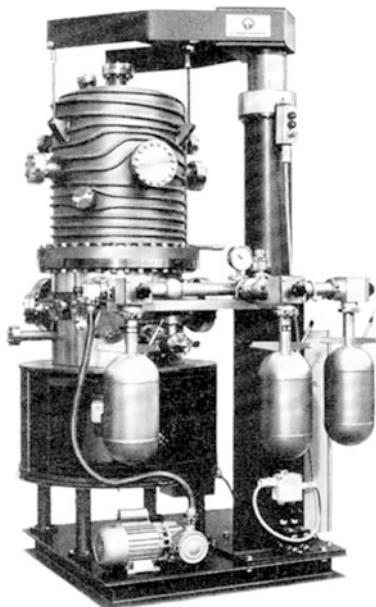
Homepage: www.creavac.de



Tab. 1 Gebräuchliche Pumpenkombinationen zum Erzeugen von Ultrahochvakuum

UHV-Pumpe	Vorpumpe
Ionizerständerpumpe + (integrierte) Titanverdampferpumpe	ölfreie Rotationsvakuumpumpe
Turbomolekularpumpe (und Titanverdampferpumpe)	2-stufige Drehschieberpumpe und Adsorptionsfalle
Turbo-Drag-Pumpe (Turbomolekularpumpe mit Holzweckstufe) + Ti-Verdampferpumpe	Membranpumpe
Bad-, Verdampfer- oder Refrigerator-Kryopumpe	2-stufige Drehschieberpumpe oder Adsorptionspumpe(n) oder trockene Verdrängerpumpe

Abb. 2 Ultrahochvakuum-pumpstand mit ölfreien Pumpen. Aufbau siehe Schema Abb. 3.
Saugvermögen (je nach Art der Kühlung) 5000 oder $10.000 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$



Die einzelnen Evakuierungsschritte sind in Tab. 1 angegeben. Abb. 4 zeigt die zugehörige zeitliche Abnahme des Drucks im Rezipienten. Die Pumpzeiten (Spalte 1 von Tab. 2) gelten für das Evakuieren des leeren und sauberen Behälters bei geöffnetem Zwischenventil und sind als Richtwerte anzusehen. Bei wiederholtem Evakuieren (Chargenwechsel) wird das Zwischenventil zunächst geschlossen, so dass sich wegen des nunmehr verringerten Volumens kürzere Vorpumpzeiten ergeben werden. Tab. 2 enthält die wesentlichen Evakuierungsschritte, jedoch keine ins Einzelne gehende Angabe zur Bedienung der Ventile, der Adsorptionsfallen und zu anderen erforderlichen Maßnahmen. Diese sind den Betriebsanweisungen der Hersteller zu entnehmen.

Zum Ausheizen der Apparatur werden Heizmanschetten an geeigneten Stellen angebracht. Es muss dafür gesorgt werden, dass an bestimmten Stellen – im obigen Beispiel sind dies die Elastomerdichtung des Zwischenventils und der Permanent-

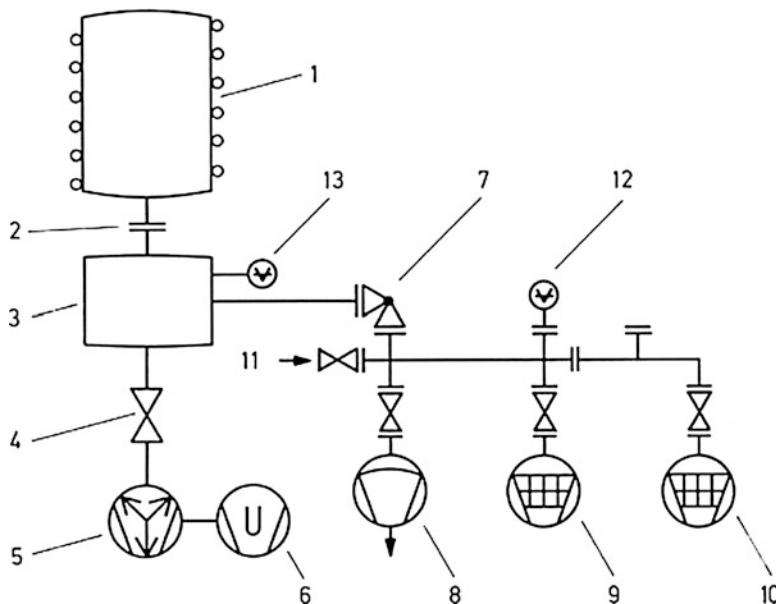


Abb. 3 Aufbauschema des UHV-Pumpstandes von Abb. 2: 1 Edelstahlglocke DN 450 mit Kühlschlangen, Höhe 450 mm, 2 UHV-Verbindungsflansch DN 450, 3 Basisteil, 4 in 3 integriertes Zwischenventil, mit Vitilan gedichtet, 5 Ionenerstäuberpumpe mit sieben Triodensystemen, 6 Titanverdampferpumpe, 7 Ausheizbares Ganzmetall-Eckventil DN 40, 8 ölfreie Membranpumpe mit Federbalgventil, 9 und 10 Adsorptionspumpen mit je einem Federbalgventil, 11 Belüftungsventil, 12 Vakuummeter für Grob- und Feinvakuum, 13 UHV-Vakuummeter (Einbausystem)

magnet der Ionenerstäuberpumpe – die dort maximal zulässigen Temperaturen nicht überschritten werden. Im Dauerbetrieb dürfen Elastomerdichtungen nicht wärmer als 150 °C, Permanentmagnete nicht wärmer als 380 °C werden. Andere kritische Stellen an UHV-Apparaturen sind Vakuummessröhren aus Glas.

Die Wasserkühlung des in Abb. 2 gezeigten Behälters dient dazu, eine unzulässig hohe Erwärmung der Glocke mit Rücksicht auf das meist vorhandene Schauglas und die Gasabgabe zu verhindern. Hohe oder sehr hohe Temperaturen treten z. B. beim Betrieb von Hochtemperatur-Glühöfen auf.

Zum *Belüften* eines UHV-Pumpstandes oder allgemein einer UHV-Anlage sind die UHV-Messsysteme und Ionenerstäuberpumpen *vor* dem Belüften vom Rezipienten durch ein Zwischenventil zu trennen. Falls keine Zwischenventile vorhanden sind, sind die Messsysteme und Ionenerstäuberpumpen *vor* dem Belüften auszuschalten. Alle während des Betriebs kalten Flächen (Getterschirme, Kryoflächen) müssen vor dem Belüften auf etwa Umgebungstemperatur gebracht werden, um Kondensation von Wasserdampf (Eisbildung!) zu vermeiden.

Zum Erwärmen der Kaltflächen wird das Kühlmedium (Wasser, flüssiger Stickstoff) vielfach durch Pressluft von Umgebungstemperatur ersetzt. Das eigentliche Fluten erfolgt nach Möglichkeit mit trockenem Stickstoff über ein langsam zu öffnendes Belüftungsventil. Alle vakuumeitigen Oberflächen sollten nicht länger als unbedingt nötig der atmosphärischen Luft ausgesetzt werden.

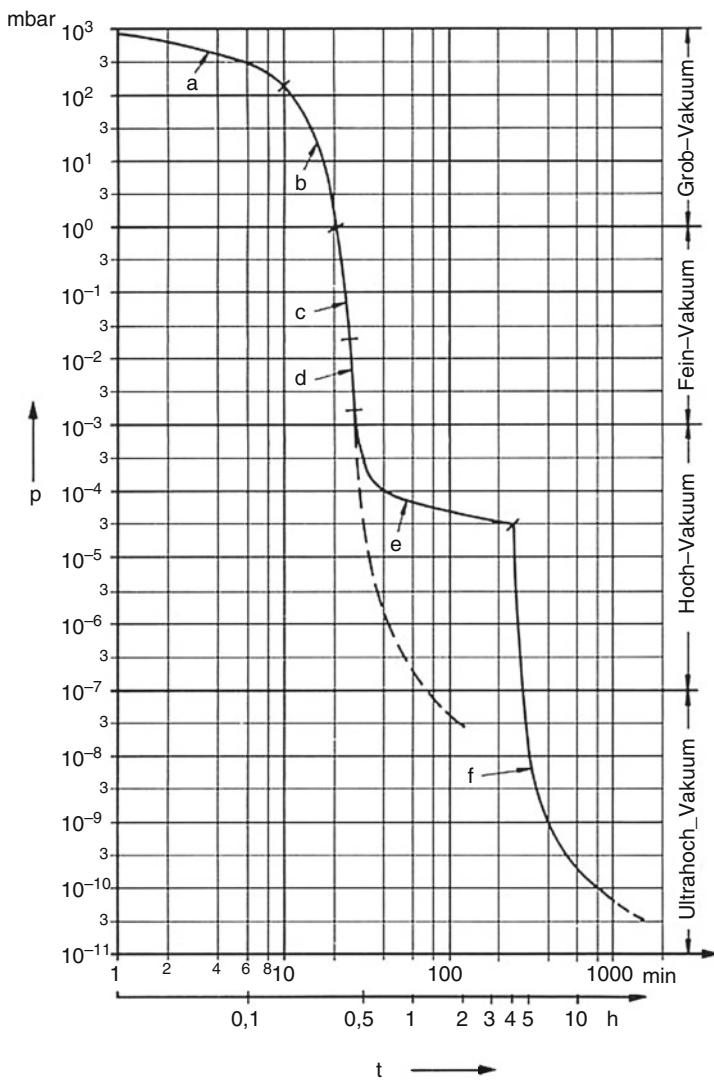


Abb. 4 Auspumpkurve des UHV-Pumpstandes nach den Abb. 2 und 3

9.1 Ultrahochvakuum-(UHV-)Großanlagen

Zu Großanlagen dieser Art zählen in erster Linie Teilchenbeschleuniger und Speicherringe. Solche sind weltweit im Rahmen der Elementarteilchen-Forschung in Betrieb. Sie sind jedoch je nach Aufgabenstellung in Größe, Aufbau und Ausrüstung sehr verschieden. Dennoch lassen sich nachfolgend einige allgemein gültige charakteristische Parameter angeben, die vakuumtechnisch von Interesse sind [5]:

Tab. 2 Evakuierungsschritte beim Betrieb des Ultrahochvakuum-Pumpstandes des Abb. 2. Vgl. dazu Abb. 4, Auspumpkurve

Pumpzeit [min]	Abschnitt der Auspumpkurve	Druckänderung [mbar]	Pumpe in Betrieb	Anmerkung
0–10	a	1013 → 130	Membranpumpe oder ölfreie Drehschieberpumpe	Die Adsorptionspumpen sind bereits vorgekühlt
10–20	b	130 → 1	Erste Adsorptionspumpe	Ventil zur Membranpumpe geschlossen
20–25	c	1 → $2 \cdot 10^{-2}$	Zweite Adsorptionspumpe	Ventil zur ersten Adsorptionspumpe geschlossen
25–30	d	$2 \cdot 10^{-2} \rightarrow \approx 10^{-3}$	Ionenzersetzungspumpe	UHV-Eckventil (Vorvakuumventil) geschlossen
30–250	e	$10^{-3} \rightarrow \text{einige } 10^{-5}$	Ionenzersetzungspumpe	Ausheizdauer ≈ 3,5 h; Ausheiztemperatur 350 °C
250–800	f	$10^{-5} \rightarrow \text{einige } 10^{-10}$	Ionenzersetzungspumpe + Titanverdampferpumpe	Titanverdampferpumpe im intermittierenden Betrieb

Elementarteilchen benötigen zur stoßfreien Überwindung größerer Strecken große mittlere freie Weglängen. Diese Bedingungen sind nur im Hoch- und Ultra-hochvakuum gegeben, wobei der Restgasdruck hinreichend niedrig sein muss. Die untere Grenze liegt bei bestimmten Anlagen stellenweise bei einigen 10^{-9} mbar.

Die Vakuumkammern bestehen im Prinzip aus zu Ringen geschlossenen Rohren, die bis zu einigen Kilometern lang sein können. Aus betrieblichen Gründen haben die Rohre nur einen vergleichsweise geringen Innendurchmesser (z. B. 100 mm), so dass der Strömungsleitwert (Molekularströmung) gering ist. Um überall hinreichend niedrigen Druck zu erreichen, werden rundum in geringen Abständen Vakuumpumpstände angeschlossen. Zur Wartung und Störungssuche sind die Ringe durch Schieberventile gegeneinander abschottbar, so dass Teilbereiche (Sektoren) entstehen, deren Länge oft einige hundert Meter betragen kann (siehe Abb. 5). Da die innere Oberfläche des Vakuumrohres (Stahlrohres) im Vergleich zu dessen Volumen um eine Zehnerpotenz größer ist als bei üblichen Vakuumkammern; kommt der Gasabgabe der Wände (Entgasung) eine sehr große Bedeutung zu.

Der ehemalige SPS-Ring des CERN hatte einen Umfang von 7 km und besteht aus 73 Sektoren unterschiedlicher Länge. Die vakuumtechnische Ausrüstung eines typischen Sektors ist in Abb. 5 dargestellt [8].

Darin bedeuten:

- VR Vakuumrohr aus Edelstahl (Werkstoff 1.4429).
- VPRS Vakuumpumpsatz, bestehend aus einer Turbomolekularpumpe ($S_n = 450 \text{ L/s}$) und einer zweistufigen Drehschieberpumpe ($S_n = 35 \text{ m}^3/\text{h}$) zum Vorevakuieren des Vakuumrohrs VR auf 10^{-7} mbar. Das am Vakuumrohr zur Verfügung stehende Saugvermögen beträgt lediglich 20 L/s.

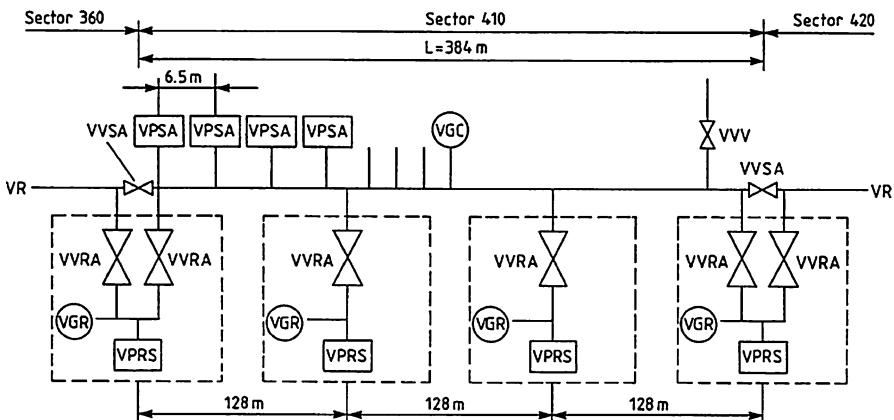


Abb. 5 Vakuumtechnische Ausrüstung eines typischen Sektors des ehemaligen CERN Super-Protonen-Synchrotrons (SPS) [8]

- VPSA Ionenzerstäuberpumpe (IZ-Pumpe) mit $S_n = 30 \text{ L/s}$ je Pumpe, zum weiteren Herabsetzen des Druckes im Strahlrohr. Die IZ-Pumpen werden zur Verkürzung der Pumpzeit zusammen mit zusätzlichen Titan-Verdampferpumpen (Sublimationspumpen), diese im Intervallbetrieb, eingesetzt. Der Betriebsdruck im SPS beträgt als Mittelwert $3 \cdot 10^{-9} \text{ mbar}$ Stickstoff-Äquivalentdruck. Dieser Druck wird nach einer Pumpzeit von etwa zwei Wochen erreicht.
- VGR Wärmeleitungs- und Glühkathoden-Vakuummeter (als Kombinationsmessgerät) zum Messen von Drücken im Bereich 10^3 bis 10^{-8} mbar .
- VGC Vakuummessgerät in der Mitte des Sektors, Wärmeleitungs- und Kaltkathodenvakuummeter mit einer unteren Messgrenze von 10^{-11} mbar . Außerdem wird der Druck noch an verschiedenen Stellen des Strahlrohres über die Strommessung der IZ-Pumpen bestimmt, die einen unteren Drucknachweis im SPS von $7 \cdot 10^{-9} \text{ mbar}$ erlaubt.
- VVRA Vorvakuumventil DN 70.
- VVSA Sektor-Absperrventil DN 100, mit Indium-Ventiltellerdichtung. Diese ist ausreichend, da der SPS-Ring nicht für Ausheizen eingerichtet ist.
- VVV Belüftungs-Ventil zum Einlassen von trockenem Stickstoff.

Weitere Einzelheiten sind [8] zu entnehmen.

Literatur

1. Bergandt, E., Henning, H.: Methoden zur Erzeugung von Ultrahochvakuum. Vak.-Technol. **25**(5), 131–140 (1976)
2. Ishimaru, H.: Development and application of all-aluminium alloy ultra-high vacuum systems. Vacuum, (Abstract) **40**, 223 (1990)
3. Ishimaru, H.: Ultimate pressure of the order of 10^{-13} torr in an aluminium alloy vacuum chamber. J. Vac. Sci. Technol. A **7**, 2439–2442 (1989)
4. Briesacher, J., et al.: Non-evaporable getter pumps for semiconductor equipment. Ultraclean Technol. **1**, 49–57 (1990)
5. Pupp, H.: Vakuumtechnik (Kap. 57). Hanser Verlag, München/Wien (1991)
6. Tilford, C.R.: Reliability of high vacuum measurements. J. Vac. Sci. Technol. A **1**(2), 152–162 (1983)
7. Weston, G.F.: Measurement of ultra-high vacuum. Vacuum **29**(8/9), 277–292 (1979), **30**(2), 49–69 (1980)
8. Wahl, H.: Das Vakumsystem des CERN am 450 GeV Super-Protonen-Synchron und Speicher-Ring (SPS). Vak. Prax. **1**, 43–51 (1989)



Werner Große-Bley

Zusammenfassung

Lecks in Vakuumsystemen werden vor allem durch zwei Methoden festgestellt und lokalisiert: Entweder wird das aus einem System austretende Gas „erschnüffelt“ (Schnüffellecksuche), oder ein in ein Vakuumsystem eintretendes Prüfgas, vor allem Helium, detektiert (Prüfgasverfahren). Seltener kommen Druckanstiegsverfahren zum Einsatz. Zur Quantifizierung der Gasströme durch Lecks müssen die entsprechenden Strömungsbereiche berücksichtigt werden. Der Einsatz der Lecksucher muss hinsichtlich Ansprechzeiten und Empfindlichkeit auf die jeweilige Anwendung optimiert werden. Bei Lecktests von Lebensmittelverpackungen kommen neue elastische Folienvakuumkammern zum Einsatz. Lecksuchgeräte wurden in Kap. 27, „Leckdetektoren“ beschrieben.

1 Überblick

Nicht nur in der Forschung, sondern in zunehmendem Maße in der Industrie ist die Dichtheit von Behältern, Rohrleitungen, Bauelementen und Verpackungen wichtig geworden. Treibende Kräfte sind dabei der Schutz der Umwelt und die damit zusammenhängende Gesetzgebung sowie der Wettbewerb um anspruchsvolle Kunden, der nach immer zuverlässigeren Produkten verlangt. Das Streben der Unternehmen nach Zertifizierung ihres Qualitätssicherungssystems führt zu der Suche nach möglichst objektiven Messverfahren, bei denen die verwendeten Prüfmittel rückführbar (auf nationale Standards) kalibriert werden.

Es ist also weniger die Suche nach immer empfindlicheren Dichtheitsprüfverfahren für immer kleinere Lecks, als vielmehr das Streben nach schnellen und

W. Große-Bley (✉)

ILP, Inficon GmbH, Köln, Deutschland

E-Mail: werner.Grosse_Bley@inficon.com

zertifizierbaren Verfahren, um im industriellen Wettbewerb bestehen zu können. So erklärt es sich auch, dass die Prüfgaslecksuche mit Leckdetektoren immer größere Bedeutung erlangt und die „alten“ Verfahren wie Blasenprüfung oder Druckanstieg/-abfall in ihrer Bedeutung zurückgehen. Um Leckdetektoren richtig einsetzen zu können und Dichtheitsprüfverfahren auf den Anwendungsfall zugeschnitten definieren zu können, ist ein gutes Verständnis der zugrunde liegenden physikalischen Sachverhalte erforderlich. Diese sollen in den folgenden Abschnitten praxisbezogen dargestellt werden.

1.1 Vakuumlecksuche

Nach dem Boyle-Mariotte'schen Gesetz ist die Gasmenge Q das Produkt aus Druck p und Volumen V :

$$Q = p \cdot V \quad (1)$$

Befindet sich in einem Vakuumsystem mit innerem Volumen V eine undichte Stelle – ein Leck – so besteht zwischen dem eindringenden Gasstrom q und dem Druck im System die Beziehung

$$q_{pV} = \frac{dQ}{dt} = p \cdot \frac{\partial V}{\partial t} + V \cdot \frac{\partial p}{\partial t} \quad (2)$$

Wird das System nicht gepumpt, so ist der Druckanstieg im Volumen ein Maß für die Leckagerate, es gilt:

$$q_{pV} = V \cdot \frac{dp}{dt} \approx V \cdot \frac{\Delta p}{\Delta t} \quad (3)$$

Durch Messung des Totaldruckanstiegs im System nach einer Zeitspanne Δt kann bei bekanntem Volumen damit die Leckagerate q ermittelt werden (siehe ▶ Abschn. 2 im Kap. 27, „Leckdetektoren“). Dabei muss der Einfluss der Wanddesorption unberücksichtigt bleiben, d. h. nur der lineare Druckanstieg durch Lecks geht in Gl. 3 ein. Dies kann durch Auswertung nach langer Messzeit Δt erreicht werden. Außerdem sind Temperatureinflüsse zu eliminieren, was nicht immer einfach möglich ist.

Um solche Schwierigkeiten zu umgehen, kann auch der erste Term in Gl. 1 genutzt werden. Wird nämlich das Vakuumsystem durch eine Pumpeinrichtung mit dem Saugvermögen $S = dV/dt$ kontinuierlich gepumpt, so ergibt sich die Leckagerate aus dem erzielten Gleichgewichtsdruck. Zwischen q_{pV} , p und S besteht nämlich bei stationärem Pumpen ($p = \text{const.}$) nach Gl. 1 der Zusammenhang

$$q_{pV} = p \cdot \frac{dV}{dt} = p \cdot S \quad (4)$$

Anstelle des Totaldrucks kann man nun zur Lecksuche und Leckmessung ein Prüfgas verwenden. Dazu wird das Vakuumsystem mit einer mit Prüfgas gefüllten Hülle (Index „T“ für Testgas) umgeben oder mit Prüfgas von außen besprührt. Man misst nun mit einem prüfgasspezifischem Detektor – dem Leckdetektor – bei einem Leck der Leckagerate q_{pV} im Innern den Prüfgaspartialdruck

$$p_T = \frac{q_{pV,T}}{S_T} \quad (5)$$

Da beim späteren Betrieb von Vakuumanlagen durch die Lecks Luft einströmt, ist es notwendig, die mit dem Prüfgas gemessene Leckagerate $q_{pV,T}$ in diejenige für Luft $q_{pV,L}$ umzurechnen. Dazu muss zunächst aus den Druckverhältnissen und der Größenordnung der Leckagerate die Strömungsart eingeschätzt werden. Danach kann die Leckagerate in Abhängigkeit von den speziellen Eigenschaften (relative Molekülmasse, Zähigkeit) von Prüfgas und Luft berechnet werden (► Kap. 6, „Strömung von Gasen“).

Da jedes Vakuumsystem über eine Pumpe mit definiertem Saugvermögen verfügt, kann eine Lecksuche durchgeführt werden, wenn das System mit einem Partialdruckmessgerät (► Kap. 26, „Partialdruckmessung“) zur Bestimmung des Prüfgasdrucks ausgerüstet ist. In vielen Fällen, insbesondere bei UHV-Systemen, ist das der Fall. In anderen Fällen jedoch – insbesondere zur Prüfung von einzelnen Bauelementen – verwendet man ein separates Hochvakumpumpsystem mit integriertem Massenspektrometer-Partialdruckmessgerät.

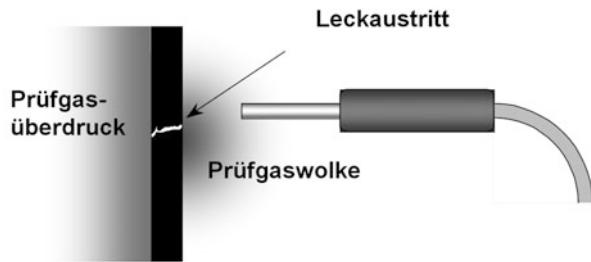
Solche Lecksuchgeräte oder Leckdetektoren unterscheiden sich von den in ► Kap. 26, „Partialdruckmessung“ beschriebenen Partialdruckmessgeräten dadurch, dass sie Prüfgasströme (und nicht nur Partialdrücke) messen und für ein spezielles Prüfgas – vorzugsweise Helium – ausgelegt sind.

1.2 Überdrucklecksuche

Industrielle Bauteile werden häufig mit Prüfgasüberdruck gefüllt, wobei aus eventuellen Lecks austretendes Prüfgas nachzuweisen ist. Bringt man den so gefüllten Prüfling in eine Vakuumkammer, an die ein Vakuumleckdetektor angeschlossen ist, so strömt das Prüfgas in das Vakuum aus und es gilt das oben Gesagte für die Messung von Leckageraten.

Strömt das Prüfgas jedoch aus dem Leck direkt in die Umgebung, so kann man im Allgemeinen nicht mehr den gesamten austretenden Gasstrom – die Leckagerate – erfassen, sondern muss die sich einstellende (abstandsabhängige) Konzentration vor dem Leck als Maß für die Leckagerate mit einem „Schnüffler“ messen (Abb. 1). Dabei ist auch eine Lecklokalisierung möglich, da das ausströmende Prüfgas vor der Leckaustrittsöffnung eine stationäre „Wolke“ bildet, die den Ort des Lecks charakterisiert und in gewissen Grenzen auch eine Leckageratenbestimmung ermöglicht.

Abb. 1 Schnüffelspitze in der Prüfgaswolke vor einer Leckaustrittsöffnung



1.3 Prüfgasverteilung vor einem Leck in der Atmosphäre

Die Verteilung des aus einem Leck austretenden Prüfgases in der umgebenden Atmosphäre kann nur unter bestimmten Voraussetzungen analytisch berechnet werden. Für Lecks mit geringer Strömungsgeschwindigkeit, d. h. mit Leckageraten kleiner als $1 \cdot 10^{-3}$ Pa L/s kann man von diffusionsartiger Ausbreitung des Prüfgases in Luft bei Atmosphärendruck ausgehen, wenn Luftbewegungen durch Konvektion oder Wind weitgehend ausgeschlossen sind. Im realistischeren Fall größerer Lecks und normal unruhiger Atmosphäre wurde an Methanlecks mit Infrarotkamera ein Prüfgasstromfaden beobachtet, der sich mit der atmosphärischen Luftbewegung hin und her bewegt. Mit einer reinen Konzentrationssonde ohne Gasansaugung würde man dann stark schwankende Anzeigen der Prüfgaskonzentration erhalten, welche nicht zu einer eindeutigen, stabilen Leckageratenmessung führen.

Unter Annahme einer diffusionsartigen Prüfgasausbreitung gilt nach dem Fick'schen Gesetz (Gl. 101 in ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) für den Prüfgaspartialdruck p^* in der Umgebung einer Leckaustrittsöffnung für die Prüfgasstromdichte j_{Leck}

$$j_{\text{Leck}} = -D \cdot \text{grad}(p^*) \quad (6)$$

Dabei ist D der Diffusionskoeffizient für das Prüfgas in Luft. Da die Prüfgaswolke vor dem Leck aus Symmetriegründen halbkugelförmig mit dem Radius $R = r_0 + r$ ist (der Radius r_0 ist ein kleinster Abstand, der praktisch nicht unterschritten werden kann), kann man mit der Leckagerate q_{pV} schreiben:

$$\frac{q_{pV}}{2\pi \cdot R^2} = -D \cdot \frac{d}{dR} p^*(R) \quad (7)$$

Durch Integration dieser Differentialgleichung und Division durch p_{atm} erhält man für die Prüfgaskonzentration $c(R)$ in einem Abstand R vor dem Leck bei Atmosphärendruck p_{atm} die folgende Beziehung:

$$c(R) = \frac{p^*(R)}{p_{\text{atm}}} = \frac{q_{pV}}{2\pi \cdot D \cdot R \cdot p_{\text{atm}}} \quad (8)$$

Setzt man $c(r_0) = 1$, d. h. die Prüfgaskonzentration beträgt 100 % im Abstand r_0 , so folgt für $c(r)$

$$c(r) = \frac{2q_{pV}}{q_{pV} + 4\pi \cdot D \cdot r \cdot p_{atm}} \quad (9)$$

Beispiel 1

Aus einem mit Überdruck gefüllten Prüfling strömt Helium aus einem Leck in die umgebende Atmosphäre. Die Heliumleckagerate beträgt $1 \cdot 10^{-6}$ mbar L/s, als Atmosphärendruck wird 100 kPa angenommen. Für eine Abschätzung des Diffusionskoeffizienten von Helium in Luft benötigt man die mittlere thermische Geschwindigkeit von Helium $\bar{c}_{He} = 1245$ m/s (bei 20 °C) und die freie Weglänge in Luft

$$\bar{l}_{Luft} = \frac{\bar{l}_{N_2} \cdot p}{p_{atm}} = \frac{5,9 \cdot 10^{-3} \text{ m} \cdot \text{Pa}}{100 \text{ kPa}} = 5,9 \cdot 10^{-8} \text{ m}$$

Ein brauchbarer Schätzwert für den Diffusionskoeffizienten von Helium in Luft ergibt sich dann aus der Formel für den Selbstdiffusionskoeffizienten eines Gases, indem man in diese Formel die freie Weglänge von Luft und die mittlere thermische Geschwindigkeit von Helium einsetzt:

$$D_{He, \text{Luft}} = \frac{\bar{c}_{He} \cdot \bar{l}_{Luft}}{3} = 2,45 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$$

Damit berechnet sich die Heliumkonzentration nach Gl. 9 im Abstand $r = 1$ mm vor dem Leck zu 3,3 ppm.

Wenn also eine für Heliumkonzentrationen kalibrierte Schnüffelsonde (ohne Gasansaugung!) im Abstand von 1 mm vor das Leck geführt wird, so misst sie diese Konzentration. Im Abstand von 10 mm ist die Konzentration nur noch ca. 0,3 ppm und kann, unter Industriebedingungen mit leicht instabilem Untergrund, nicht mehr eindeutig festgestellt werden.

1.4 Messergebnisse mit der Schnüffelmethode

Im Idealfall misst man mit dem Schnüffler die Prüfgaskonzentration an einer bestimmten Stelle vor dem Leck und benutzt sie als Maß für die Leckagerate. Dies ist allerdings in der Praxis nur unter statischen Bedingungen möglich, da durch eine bewegte Schnüffelsonde die Wolke stark gestört wird. Zusätzlich wird mit der Quergeschwindigkeit, mit der die Schnüffelsonde durch die Prüfgaswolke geführt wird, das angezeigte Signal bei gegebener Leckagerate sehr rasch zu klein für eine sichere Messung und das Maximum des Signals tritt deutlich von der tatsächlichen Leckposition entfernt auf, wie Abb. 2 zeigt.

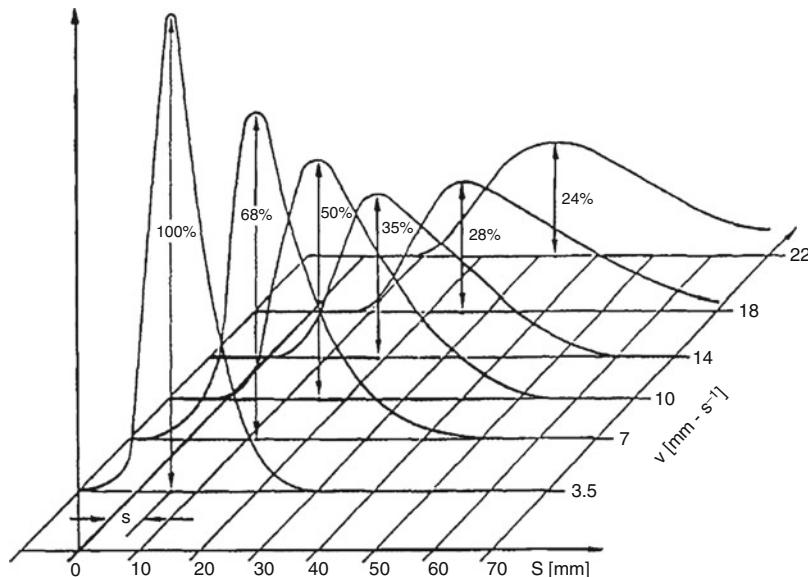


Abb. 2 Abhängigkeit der Signalgröße und der scheinbaren Position s des Lecks bei mit der Geschwindigkeit v bewegten Schnüffelsonde (die Position 0 auf der x -Achse kennzeichnet die tatsächliche Position des Lecks)

Eine erheblich günstigere Handhabung bieten in der Praxis solche Schnüffler, die einen nennenswerten Gasstrom ansaugen. Im Vergleich zu älteren Schnüfflertypen, die eine kleine Öffnung oder Membran an der Spitze hatten und damit die Konzentration der Prüfgaswolke unter statischen Bedingungen sehr empfindlich messen konnten, sind heute fast nur noch Schnüffler mit Gasdurchsätzen von $50 \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ – $5000 \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ ($0,5 \text{ mbar} \cdot \text{L/s}$ – $50 \text{ mbar} \cdot \text{L/s}$) in Gebrauch (diese Entwicklung wurde durch Leckdetektoren mit dem Gegenstromprinzip möglich, die diese eine hohe Gaseinlassmenge vertragen, siehe ▶ Abschn. 3.6 in Kap. 27, „Leckdetektoren“). Mit einem totaldruckunabhängigen Heliumsensor anstelle eines Massenspektrometers, (▶ Abschn. 7.1 in Kap. 27, „Leckdetektoren“) sind sogar noch größere Gasströme bis über $500 \text{ Pa}\cdot\text{L/s}$ realisierbar.

Durch den dadurch erzeugten „Staubsaugereffekt“ wird zwar die Prüfgaswolke stark gestört, man erreicht aber, dass praktisch das gesamte aus dem Leck austretende Prüfgas selbst aus etwas größerer Entfernung noch komplett abgesaugt wird und zur Messung verwendet werden kann. Damit ist sowohl das Auffinden von versteckten Lecks als auch die quantitative Bestimmung von Leckgeraten erheblich verbessert. Das gilt auch für größere Lecks, wenn sich vor dem Leck gar keine „Wolke“ mehr ausbildet, sondern durch Konvektion in der Atmosphäre nur ein hin und her bewegter Prüfgasstromfaden vorliegt.

Zur quantitativen Leckgeratenbestimmung muss der Leckdetektor immer mit der Geschwindigkeit und dem Abstand der Schnüffelsonde kalibriert werden, mit denen später auch gemessen werden soll.

1.5 Prüfgase

An ein Prüfgas werden eine Reihe von Anforderungen gestellt; die wichtigsten sind:

1. Verträglichkeit mit der Umwelt
2. chemische und physikalische Neutralität (keine Reaktion oder Adsorption)
3. geringer Gehalt in der normalen Umwelt (Luft)
4. empfindlicher und selektiver Nachweis im Vakuum und in der Atmosphäre

1.5.1 Helium

Die genannten Forderungen werden in hohem Maße von Edelgasen, insbesondere von Helium, erfüllt. Helium ist völlig ungiftig, es verursacht keine Korrosion und neigt nur sehr wenig zur Adsorption. Seit 1998 ist es sogar als Lebensmittelzusatzstoff (E939) von der EU zugelassen. Der Volumengehalt in natürlicher Luft beträgt nur 5,24 ppm und ist auf der ganzen Erde gleich groß.

1.5.2 Andere Edelgase als Helium

Selbstverständlich eignen sich auch andere Edelgase als Helium zur Lecksuche. Allerdings sind sie entweder in der Luft in erheblicher Konzentration vorhanden (Argon mit 1 %) oder müssen in Bereichen des Massenspektrums nachgewiesen werden, die nicht frei von Linien des Restgases, insbesondere von Kohlenwasserstoffen sind (Neon, Argon, Krypton). Xenon schließlich ist ein sehr teures Gas und scheidet von daher als Prüfgas, außer in sehr speziellen Anwendungen (Xenon-Lampen), aus.

1.5.3 Wasserstoff H₂

Wasserstoff kann wegen seiner Explosionsgefahr als Prüfgas nur in Form von Formiergas (5 % H₂ in N₂) verwendet werden (nach ISO 10156 liegt die untere Explosionsgrenze bei 5,7 % H₂ in N₂). Im speziellen Fall der Lecksuche an Kraftwerksgeneratoren kann der Wasserstoff, der zum Kühlung verwendet wird, direkt nachgewiesen werden. Zum Nachweis werden neben Sektorfeldmassenspektrometern Geräte mit Halbleitersensor verwendet [1].

Wasserstoff als Prüfgas hat sich bisher nicht breit durchsetzen können, da die niedrige H₂-Konzentration im Formiergas die Nachweisgrenze einschränkt und schon geringe Störkonzentrationen in industrieller Umgebung, z. B. aus Galvanikprozessen oder Batterieladestationen, zusätzlich stören können.

1.5.4 Methan CH₄

Methan wird als Prüfgas z. B. für petrochemische Chemiebauteile verwendet, weil es in seinem Verhalten den im Betrieb später verwendeten Substanzen recht nahe kommt. Sein Nachweis erfolgt mit Schnüfflern, die häufig als Sensor einen Flammionisationsdetektor (FID) verwenden. Dieses Sensorprinzip wird auch bei der Suche nach Lecks von organischen Prozessmedien in Chemieanlagen eingesetzt. Die Vorgehensweise ist in einer Richtlinie der US-amerikanischen Environmental Protection Agency (EPA) als „Pt.60, App. A, Method 21“ festgelegt.

1.5.5 Kohlendioxid CO₂

Kohlendioxid kann wegen seines hohen und wechselnden Gehalts in der natürlichen Luft (Atemluft!) nicht als Prüfgas verwendet werden. Da es aber als Kältemittel für Automobilklimaanlagen in Frage kommt, besteht ein großes Interesse an Nachweisprinzipien, die den wechselnden atmosphärischen Untergrund (z. B. durch eine Referenzmessung von Umgebungsluft) kompensieren können.

1.5.6 Schwefelhexafluorid SF₆

Schwefelhexafluorid wird als Löschgas in Hochspannungsschaltern verwendet. Zur Dichtheitsprüfung an solchen Schaltern möchte man es deshalb beim Austritt in die Atmosphäre nachweisen.

Es wird auch als Prüfgas in der Industrie eingesetzt, obwohl es ein sehr starkes Treibhausgas ist. Es ist nämlich durch Infrarotsorption sehr empfindlich (im ppb-Bereich) messbar und wegen seines hohen Molekulargewichtes erlaubt es eine gute Lecklokalisierung in der Wolke vor einem Leck (wegen geringer Diffusionsgeschwindigkeit). Die Lecklokalisierung erfolgt über das klassische Schnüffelverfahren z. B. mit einer photoakustischen Nachweiszelle oder durch Laserscan über das Prüfobjekt mit lokaler photoakustischer Resonanz.

Beim SF₆ ist zwar die Nachweisgrenze grundsätzlich gut, aber durch die geringe Diffusionsgeschwindigkeit in Luft können versteckte Lecks nicht immer sicher gefunden werden. SF₆ sollte nicht als Prüfgas frei in der Atmosphäre gesprüht werden (oder höchstens in sehr geringen Mengen), da es zwar kaum Ozonschädigungspotenzial, aber das höchste Treibhauspotenzial aller Gase (22.000 bezogen auf CO₂) besitzt. Es werden deshalb in der Praxis nur Überdruckprüfungen (Prüfgas unter Druck im Prüfling eingeschlossen) mit stark verdünntem SF₆-Prüfgas durchgeführt, wobei wegen der hohen Nachweisempfindlichkeit dennoch kleine Lecks gefunden werden können.

2 Eigenschaften von Lecks

2.1 Leckagerate, Einheiten

In der Lecksuchtechnik [2] wird allgemein der Volumendurchfluss q_{pV} in pV -Einheiten (Pa·L/s) zur Angabe von Leckageraten q_L verwendet (DIN 28402, DIN EN ISO 20484). Da das reine pV -Produkt pro Zeiteinheit eigentlich nur die Leistung beschreibt, die an einem Gas bei Volumen- bzw. Druckänderung anfällt, muss zusätzlich die Gasart und die Temperatur T berücksichtigt werden, damit aus der Zustandsgleichung für ideale Gase (dividiert durch die Zeit, um die Gasströme zu erhalten) die entsprechende strömende Molmenge ν/t (Mol/s) berechnet werden kann [3]:

$$q_L = q_{pV} = \frac{p \cdot V}{t} = \frac{\nu}{t} \cdot R \cdot T = \frac{m}{t} \cdot \frac{R \cdot T}{M} \quad (10)$$

Tab. 1 Umrechnung der verschiedenen Leckagerateneinheiten für pV -Ströme q_L und Massenströme q_m

Einheit	$\text{mbar} \cdot \text{L/s}$ (T_n) ^a	$\text{cm}^3 \cdot (T_n, p_n) / \text{s}^a$	sccm	$\text{Pa} \cdot \text{L/s}$ (T_n)	$\text{Torr} \cdot \text{L/s}$ (T_n)	kg/h Luft (20°C)
1 mbar · L/s (T_n)	1	0,99	60	100	0,75	$4,3 \cdot 10^{-3}$
$1 \text{ cm}^3 \cdot (T_n, p_n) / \text{s}$	1,01	1	60	101	0,76	$4,3 \cdot 10^{-3}$
sccm	$1,68 \cdot 10^{-2}$	$1,67 \cdot 10^{-2}$	1	1,68	$1,36 \cdot 10^{-2}$	$7,77 \cdot 10^{-5}$
$1 \text{ Pa} \cdot \text{L/s} (T_n)$	10^{-2}	$\sim 10^{-2}$	0,60	1	$7,5 \cdot 10^{-3}$	$4,3 \cdot 10^{-5}$
1 Torr · L/s (T_n)	1,33	1,32	73,5	133	1	$5,7 \cdot 10^{-3}$
1 kg/h Luft (20°C)	230	230	12.800	23.000	175	1

^a1 mbar L/s(T_n) entspricht $0,9869 \text{ cm}^3 \cdot (T_n, p_n)$ eines idealen Gases im Normzustand. Für die Praxis ist es ausreichend, 1 mbar L/s (T_n, p_n) = $1 \text{ cm}^3 \cdot (T_n, p_n)$ zu setzen. Ferner gilt: 1 mbar L/s(T_n) = $4,41 \cdot 10^{-5} \text{ mol/s}$

Zur Umrechnung in den Massestrom m/t (z. B. g/a oder kg/h) ist für die Molzahl $\nu = m/M$ gesetzt worden (m = Masse, M = molare Masse der betrachteten Gasart).

Tab. 1 zeigt die Umrechnungsfaktoren bei der Verwendung unterschiedlicher pV - und Massenstromeinheiten. Den Umrechnungsfaktoren liegt das Gas im Normzustand zugrunde, angedeutet durch Normtemperatur T_n (Gl. 6 im ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“) und Normdruck p_n (Gl. 3 im ► Kap. 3, „Gasgesetze und kinetische Gastheorie“). In der Praxis spielt bei der Angabe von Leckageraten q_L der Unterschied zwischen Raumtemperatur und Normtemperatur wegen der Messunsicherheit meist keine Rolle.

2.2 Leckarten

Man unterscheidet verschiedene Arten von Lecks nach der vorherrschenden Strömungsart [4]: Lecks mit viskoser Gasströmung (Poren mit Leckagerate $> 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ ($10^{-4} \text{ mbar} \cdot \text{L/s}$)), Lecks mit molekularer Gasströmung (Poren mit Leckagerate $< 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ ($10^{-7} \text{ mbar} \cdot \text{L/s}$)) und „Lecks“ mit Gaspermeation (Gasdurchgang durch atomare Zwischenräume in Elastomeren).

Das Auftreten der genannten Strömungsarten in Porenlecks hängt von den Druckverhältnissen und den geometrischen Abmessungen des Leck-Kanals ab. Je höher der Druck und je größer der Durchmesser des Leck-Kanals, umso eher ist die Strömung viskos, d. h. ähnlich einer zähen Flüssigkeit. Je niedriger der Druck oder je enger der Leck-Kanal, umso eher ist die Strömung molekular, d. h., die Gasteilchen bewegen sich unabhängig voneinander durch das Leck. In der Praxis werden in einem unregelmäßig geformten Leck-Kanal (z. B. ein Riss in einer Schweißnaht oder ein Kratzer auf einer Dichtfläche) keine einheitlichen Strömungsverhältnisse

herrschen, sondern „außen“, auf der Atmosphärenseite, viskose und „innen“, auf der Vakuumseite, eher molekulare Strömung.

Permeationslecks weisen keinen einzelnen Leck-Kanal auf, sondern treten an Fügestellen auf, die mit Elastomeren ausgefüllt sind (insbesondere Kleber, Dichtungen usw.) oder auf der Fläche von Kunststoffteilen. Die verschiedenen Leck-Typen haben abhängig von der vorherrschenden Strömungsart bestimmte Eigenschaften, die bei der Festlegung und Durchführung der Dichtheitsprüfung berücksichtigt werden müssen.

2.3 Eigenschaften von Porenlecks

Bei der Betrachtung der Gasströmung durch Porenlecks muss man beachten, dass die Druckverhältnisse sich entlang des Leck-Kanals dramatisch von Atmosphärendruck bis herab zu Bruchteilen eines Pa ändern und damit auch die Strömungsverhältnisse nicht einheitlich beschreibbar sind. Klammert man zunächst das Problem der turbulenten Strömung aus (sie tritt, abhängig von der Mikrorauigkeit des Leck-Kanals, nur bei sehr großen Lecks oberhalb von ca. $1 \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ ($10^{-2} \text{ mbar} \cdot \text{L/s}$) auf), so kann man die Verhältnisse immer als Kombination von zunächst viskos-laminarer Strömung und darauf folgender Molekularströmung beschreiben. Abhängig vom Leck-Kanal Durchmesser ist der Bereich der Laminarströmung mehr oder weniger lang, bei sehr kleinen Leck-Kanälen ist praktisch die ganze Strömung molekular. Dies sollen die beiden folgenden Beispielrechnungen etwas anschaulicher machen.

Beispiel 2

Ein Leck-Kanal sei zylindrisch mit einem Durchmesser von $d = 3 \mu\text{m}$ und einer Länge von $l = 2 \text{ mm}$. „Außen“ herrsche der Atmosphärendruck von $p_0 = 100 \text{ kPa}$, „innen“ Vakuum mit $p_i = 0 \text{ Pa}$. Unter der Annahme von laminarer Strömung berechnet man nach Gl. 94 im ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ die pV -Stromstärke durch den Leck-Kanal zu $q_{pV} = 2,73 \cdot 10^{-4} \text{ Pa L/s}$, nach Gl. 96 im ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“ berechnet sich der Verblockungsdruck zu $p_2^* = 100 \text{ Pa}$. Bei diesem Druck ist die freie Weglänge von Luft $l = 6,3 \cdot 10^{-5} \text{ m} = 21 \cdot d$, so dass auf einer gewissen Strecke l_2 des Leck-Kanals (ab einem Druck p_2) Molekularströmung herrschen muss.

Für Luft ist diese Molekularströmung dann gegeben durch

$$q_{pV, \text{molek}} = 12,1 \cdot \frac{d^3}{l_2} \cdot (p_2 - p_i)$$

Auf dem Anfangsstück des Leck-Kanals (mit der Länge l_1) gilt dann für die dort herrschende Laminarströmung

$$q_{pV, \text{lam}} = 135 \cdot \frac{d^4}{l_1} \cdot \frac{p_0^2 - p_2^2}{2}$$

Setzt man nun $q_{pV, \text{lam}} = q_{pV, \text{molek}}$ und fordert, dass an der Übergangsstelle mit dem Druck p_2 die freie Weglänge gleich dem Leck Kanaldurchmesser d sein soll, so findet man als Werte $p_2 = 2,1 \text{ kPa}$, $l_2 = 0,012 \text{ m}$ und $q_{pV} = 2,8 \cdot 10^{-4} \text{ Pa L/s}$. Die Strömung ist also im überwiegenden Teil des Leck-Kanals laminar und erst ganz am Ende molekular.

Beispiel 3

Vergrößert man den Durchmesser des Leck Kanals auf $d = 10 \mu\text{m}$ und verkürzt die Länge auf $l = 1 \text{ mm}$, so erhält man bei den gleichen Druckbedingungen wie in Beispiel 38.2 für den laminaren pV -Strom den Wert $q_{pV, \text{lam}} = 6,75 \cdot 10^{-2} \text{ Pa L/s}$ und für den Verblockungsdruck $p_2^* = 2,3 \text{ kPa}$. Bei diesem Druck ist die freie Weglänge $2,7 \mu\text{m}$ oder ungefähr $d/4$, so dass praktisch über die ganze Länge des Leck Kanals laminare Verhältnisse herrschen.

Für die Praxis kann man, da der Vordruck immer Atmosphärendruck ist und der Vakuumdruck immer unterhalb des Verblockungsdrucks angenommen werden kann, die Leckagerate selbst als Richtschnur für die Art der Strömung nehmen, wobei als Faustregel gilt: für größere Leckageraten $> 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ ($> 10^{-4} \text{ mbar L/s}$) ist die Strömung praktisch vollständig laminar, für kleine Leckageraten $< 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ ($< 10^{-7} \text{ mbar L/s}$) ist sie vollständig molekular. Im Zwischengebiet sind die Verhältnisse kompliziert (siehe Gl. 40 im ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“) und es kann keine einfache Strömungsart angegeben werden. Solange entweder laminare oder molekulare Strömungsverhältnisse angenommen werden können, gelten die folgenden Formeln für die Umrechnung von Leckageraten bei unterschiedlichen Druckverhältnissen und für verschiedene Gase.

In porenaartigen Lecks mit größeren Leckageraten und damit laminarer Strömung wächst die strömende Menge quadratisch mit der Druckdifferenz, was bedeutet, dass die Leckagerate nicht nur von der Druckdifferenz, sondern auch vom mittleren Druck selbst abhängt, d. h., für zwei Gase A und B mit den Ein-/Ausgangsdrücken p_1, p_2 und p_3, p_4 verhalten sich die Leckageraten wie die Differenzen der quadrierten Drücke:

$$\frac{q_A}{q_B} = \frac{p_1^2 - p_2^2}{p_3^2 - p_4^2} \quad (11)$$

Man kann also durch Prüfdruckerhöhung eine überproportionale Vergrößerung der strömenden Gasmenge erreichen, was für die Nachweisempfindlichkeit im Schnüffelverfahren von großer Bedeutung sein kann.

Die Leckagerate verschiedener Gase verhält sich in laminaren Lecks wie deren dynamische Viskosität, d. h., bei konstanten Drücken am Eingang und Ausgang des Lecks verhalten sich die Leckageraten für zwei Gase A und B wie die Viskositäten:

$$\frac{q_A}{q_B} = \frac{\eta_B}{\eta_A} \quad (12)$$

Da die Viskosität von Helium und Stickstoff nur um wenige Prozent verschieden ist, kann für praktische Abschätzungen die Heliumleckagerate von laminaren Porenlecks genauso groß wie für Luft angesetzt werden! Die Durchtrittszeit für Prüfgas durch den Leck-Kanal ist praktisch vernachlässigbar, da die Strömungsgeschwindigkeit groß ist. Man kann also von einer unmittelbaren Reaktion eines Lecksuchers ausgehen, wenn ein solches Leck mit Helium besprührt wird.

In porenaartigen Lecks mit kleineren Leckageraten und damit molekularer Strömung wächst die strömende Menge nur linear mit der Druckdifferenz, d. h., für zwei Gase A und B mit den Ein-/Ausgangsdrücken p_1, p_2 und p_3, p_4 verhalten sich die Leckageraten wie die Druckdifferenzen:

$$\frac{q_A}{q_B} = \frac{p_1 - p_2}{p_3 - p_4} \quad (13)$$

Kleine Leckageraten nehmen also bei höheren Betriebsdrücken auch nur linear mit dem Druck zu.

Die Leckageraten verschiedener Gase verhalten sich bei molekularen Lecks wie die Wurzeln aus ihrer molaren Masse, d. h., für zwei Gase A und B mit den Molekulargewichten M_A und M_B verhalten sich die Leckageraten wie

$$\frac{q_A}{q_B} = \sqrt{\frac{M_B}{M_A}} \quad (14)$$

So ist z. B. für Helium die Leckagerate um $\sqrt{28/4} = \sqrt{7} \approx 2,6$ -mal größer als für Stickstoff bzw. Luft. Für kleine Lecks bedeutet dies, dass bei Prüfung mit Helium automatisch ein Sicherheitsfaktor von ca. 3 gegenüber der tatsächlichen Leckagerate mit Luft berücksichtigt ist.

Wie bei viskosen Lecks ist auch bei molekularen Strömungsverhältnissen die Durchtrittszeit für Prüfgas durch den Leck Kanal praktisch vernachlässigbar, da die einzelnen Gasteilchen sich mit ihrer thermischen Geschwindigkeit bewegen (Beispiel Helium: $\bar{C} = 1245 \text{ m/s}$ bei 20°C). Auch bei solch kleinen Lecks reagiert also ein angeschlossener Heliumleckdetektor beim Besprühen unmittelbar, so dass das Leck leicht lokalisierbar ist.

2.3.1 Permeationslecks

Bei Stellen, die kein Leck im eigentlichen Sinne darstellen, sondern nur permeabel für Gase sind, wächst die Leckagerate q linear mit der Permeationsfläche A und der Druckdifferenz, sie nimmt proportional zur Permeationsstrecke L ab (Gl. 42 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“):

$$q = K_{\text{perm}} \cdot \frac{A}{L} \cdot (p_1 - p_2) \quad (15)$$

Der Proportionalitätsfaktor K_{perm} ist die Permeabilität, $K_{\text{perm}} \cdot A/L$ ist die Permeationsleitfähigkeit (ähnlich wie im Ohm'schen Gesetz der spezifische Widerstand und

der Widerstand eines geometrischen Körpers). Permeationslecks verhalten sich also ähnlich wie molekulare Lecks bezüglich der Druckdifferenz. Sie unterscheiden sich aber grundlegend beim Zeitverhalten: die Anlaufzeit, d. h. die Zeit, ab welcher der permeierende Gasstrom annähernd konstant ist, liegt für Prüfgas durch ein Elastomer in der Praxis immer bei einigen Sekunden. Sie steigt quadratisch(!) mit der Permeationsstrecke L und nimmt linear mit dem materialabhängigen Diffusionskoeffizienten D ab. Man definiert die sogenannte Induktionszeit t_i :

$$t_i = \frac{L^2}{2 \cdot D} \quad (16)$$

In der Induktionszeit t_i erreicht der permeierende Gasstrom 62 % seines Endwertes [5] nach der dreifachen Zeit sind es 99 % (siehe hierzu auch die analoge Beschreibung der Anlaufzeit bei Diffusion in Gasen in Gl. 33 in ► Kap. 6, „Strömung von Gasen“). Damit erhält man beim Besprühen mit Prüfgas immer zuerst eine Antwort von den porengartigen „echten“ Lecks und erst einige Sekunden bis Minuten später von prüfgasdurchlässigen Bereichen, z. B. Klebefugen oder Dichtungen. Eine eindeutige Identifizierung von porengartigen Lecks selbst in permeablen Kunststoffteilen wird dadurch möglich, indem man nur die unmittelbare Reaktion auf Prüfgasbeaufschlagung auswertet und die langsam ansteigende Permeation nicht abwartet.

Die Leckgerate für verschiedene Gase verhält sich wie die Permeationskoeffizienten und ist dadurch sehr materialabhängig, was besonders bei Dichtungen von Bedeutung ist. Besonders groß ist der Permeationsgasstrom für Helium durch Silikon und Teflon, weshalb diese Dichtungsmaterialien an Vakuumapparaturen nur in Ausnahmefällen (z. B. hohe Temperaturen) eingesetzt werden sollten.

2.3.2 Virtuelle Lecks in Vakuumkammern

Von virtuellen oder scheinbaren Lecks in einem Vakuumbehälter spricht man, wenn der Druck beim Absperren der Pumpen ansteigt, ohne dass mit Prüfgasverfahren ein Leck zu ermitteln ist. Hier handelt es sich entweder um eine unerwartet hohe Gasabgabe von den Wänden (Desorption von Wasserdampf) oder es existiert ein kleiner, mit Gas gefüllter Hohlraum, der über eine nach innen gerichtete Pore Gas in das Vakuum abgibt. Solche Hohlräume werden nur sehr langsam beim Evakuieren entleert, so dass eine lang anhaltende Gasabgabe sich wie ein Leck äußert. Hohlräume dieser Art können z. B. Lunker im Guss sein oder nicht entlüftete Schrauben in Sacklöchern. Virtuelle Lecks sind sehr schwer nachträglich zu finden und sollten deshalb durch sachkundige Konstruktion des Vakuumbehälters vermieden werden.

2.3.3 Flüssigkeitslecks und Gasblasenaustritt im Wasserbad

Für die industrielle Dichtheitsprüfung wird häufig nach einer Gas-Leckprüfung Flüssigkeitsdichtheit im Betrieb verlangt. Man kann abschätzen, ob durch ein Gas-Leck eine bestimmte Flüssigkeit hindurch treten kann oder ob aufgrund der Oberflächenspannung das Leck „absolut“ dicht gegen Flüssigkeitsaustritt ist (dann verdampft aber gegebenenfalls immer noch Dampf dieser Flüssigkeit am Leckausgang. Wenn dieser in eine Vakuumkammer mündet, z. B. bei einem Leck an einer

Kühlfalle mit flüssigem Stickstoff, so ist das resultierende Gas-Leck immer noch ganz erheblich).

Dichtheit gegen Flüssigkeitsaustritt in die Atmosphäre:

Der Kapillardruck zwischen dem Inneren und Äußeren einer Flüssigkeitskugel ist der Quotient aus Oberflächenspannung und Radius:

$$p_K = 2\sigma/\rho \quad (17)$$

mit

p_K : Druckdifferenz innen-aussen (Kapillardruck)

σ : Oberflächenspannung

ρ : Krümmungsradius der Flüssigkeitskugel

Der maximale Kapillardruck wird erreicht bei dem geringsten Krümmungsradius der Flüssigkeit, d. h. kurz vor dem kompletten Austreten der Flüssigkeit aus der Pore. Der minimale Krümmungsradius ρ_{min} lässt sich einfach aus dem Randwinkel α gegenüber der äußeren Fläche und dem Porenradius r berechnen:

$$\rho_{min} = \frac{r}{\sin \alpha} \quad (18)$$

Zusammen mit Gl. 18 kann man damit für den maximalen Kapillardruck $p_{K,max}$ schreiben:

$$p_{K,max} = p_{innen} = \frac{2\sigma \cdot \sin \alpha}{r} \quad (19)$$

Ein Leck, das mit der Druckdifferenz Δp beaufschlagt ist, ist deshalb dicht gegen Austritt einer Flüssigkeit mit der Oberflächenspannung σ , wenn der Durchmesser der Leckaustrittsöffnung nicht größer ist als D_{max} :

$$D_{max} = \frac{4 \cdot \sigma \cdot \sin \alpha}{\Delta p} \quad (20)$$

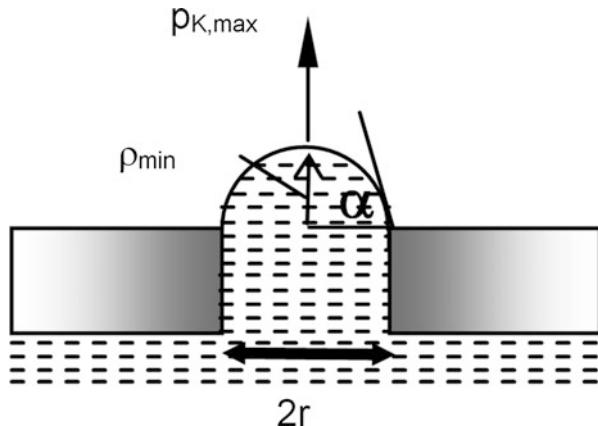
Dabei ist α der Randwinkel zwischen der Wandoberfläche und der Flüssigkeit (siehe Abb. 3). Da der Randwinkel stark abhängig vom Wandmaterial ist (z. B. Aluminium: 9°, Polyethylen: 78°), tritt bei sonst gleichen Bedingungen aus einem Leck in einem Kunststoffbehälter im Vergleich zu einem Metallbehälter erst bei deutlich höherem Druck (= Flüssigkeitsstand) Flüssigkeit aus.

Dichtheit gegen Gasaustritt in ein Flüssigkeits(Wasser)bad:

Im Gegensatz zum Flüssigkeitsaustritt in eine Gasatmosphäre sieht die Formel beim Austritt von Gas in eine Flüssigkeit, also z. B. bei einer Gasdichtheitsprüfung im Wasserbad, etwas anders aus.

$$d = \frac{4 \cdot \sigma}{\Delta p} \cos \beta \quad (21)$$

Abb. 3 Flüssigkeit in einer Wandpore mit Durchmesser $2r$ kurz vor dem Benetzen der Außenfläche: der Krümmungsradius ρ ist minimal geworden, die Kapillarkraft p_K maximal.



Entscheidend ist, dass hier der Gasdruck abhängig vom Benetzungswinkel β , gemessen gegen die Innenwand der Kapillare, ist. Der maximale Randwinkel von $\beta = 0^\circ$ tritt beim Ablösen der Gasblase auf, dann ist $\cos \beta = 1$ (siehe Abb. 4 rechts).

Das bedeutet: Ein Leck, das mit der Druckdifferenz Δp beaufschlagt ist, ist dicht gegen Austritt von Gas in eine Flüssigkeit mit der Oberflächenspannung σ , wenn der Durchmesser d der Leckaustrittsöffnung nicht größer ist als d_{\max} .

$$d_{\max} = \frac{4 \cdot \sigma}{\Delta p} \quad (22)$$

Der materialabhängige Randwinkel β ist damit irrelevant für den Austritt von Gasblasen, der Differenzdruck und die Oberflächenspannung sind entscheidend. Dies ist ein wesentlicher Unterschied zum Flüssigkeitsaustritt, wo nach Gl. 20 der Benetzungswinkel des Wandmaterials entscheidend über den Flüssigkeitsaustritt bestimmt. Details zu den beschriebenen Phänomenen finden sich in [6].

Wenn man d als Durchmesser eines zylindrischen Leck-Kanals annimmt, kann man nun die für eine Gas-Leckprüfung gültige Grenzleckagerate eines flüssigkeitsdichten Lecks für einen Leck-Kanal der Länge l (= Wanddicke!) und ein Prüfgas der Viskosität η nach der Hagen-Poiseuille-Formel (Gl. 81 bzw. 82 im ► Kap. 4, „Transporteigenschaften von Gasen“) durch Einsetzen von d_{\max} (mit $\cos \beta = 1$) ausrechnen:

$$q_{\text{grenz}} = \frac{\pi}{8} \cdot \left(\frac{d_{\max}}{2} \right)^4 \cdot \frac{1}{l \cdot \eta} \cdot \Delta p \cdot \bar{p} \quad (23)$$

$\bar{p} = (p_1 - p_2)/2$ ist dabei der Mittelwert des Drucks an den beiden Enden des Leck-Kanals.

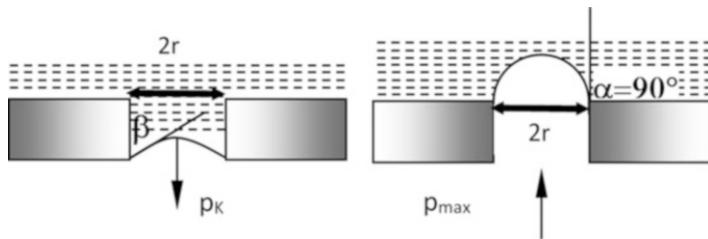


Abb. 4 Links: Gleichgewicht Gas/Flüssigkeit in einer Pore mit dem Benetzungswinkel β und dem Kapillardruck p_K , Rechts: Bei p_{\max} , $\beta = 0^\circ$ und $\alpha = 90^\circ$ beginnt die Gasblase auszutreten (dabei nimmt der maximal notwendige Druck wieder ab.)

3 Überblick über die Lecksuchverfahren (siehe auch DIN EN 1779)

3.1 Allgemeine Hinweise zur Dichtheitsprüfung

Durch entsprechend großes Saugvermögen einer angeschlossenen Pumpe könnte man die Auswirkung von Undichtigkeiten in einem Vakuumbehälter ausgleichen und den gewünschten Totaldruck trotz Lecks einhalten. Dieser Weg wird in der Praxis nicht beschritten, da die einströmende Luft im Allgemeinen die im Vakuum ablaufenden Prozesse beeinträchtigt (meist ist es der Sauerstoff, der unerwünschte Reaktionen und Schädigungen erzeugt). Außerdem ist es unwirtschaftlich, extrem große Pumpen nur zum Abpumpen von Leckgas bereitzustellen.

Bei Dichtheitsprüfungen an Vakuumbehältern (aber auch an anderen Prüflingen) ist es wichtig, dass eventuell vorhandene Lecks nicht durch Flüssigkeiten oder Schmutz verstopft sind. Deshalb müssen Prüflinge immer trocken und sauber sein, d. h., es darf z. B. vor der Dichtheitsprüfung keine Wasserdruckprüfung durchgeführt werden sein. Im Idealfall sollte die Dichtheitsprüfung unter denselben Bedingungen durchgeführt werden, wie der Prüfling sie später im Betrieb erfährt. Konkret heißt das, dass die Druckrichtung die gleiche sein sollte wie im Betrieb und bei der Prüfung auch möglichst Betriebstemperatur herrschen sollte. Gerade bei besonders tiefen Temperaturen (Kryostate!) oder hohen Temperaturen (Ausheizen!) können sich durch Werkstoffausdehnung Lecks zeigen, die bei Zimmertemperatur nicht vorhanden sind.

Die Definition der zulässigen Dichtheit durch Angabe einer Grenzleckagerate stellt hohe Anforderungen an den Prüfingenieur [7]. Grundregeln sind:

- Es gibt keine absolute Dichtheit, sondern nur eine Grenzleckagerate.
- Nicht die Nachweissgrenze des verwendeten Leckdetektors, sondern die Anwendung und ihre Anforderungen (z. B. die Lebensdauer eines Gerätes oder der Produktverlust) bestimmen die Grenzleckagerate.
- Eine überprüfbare Grenzleckagerate muss mindestens um einen Faktor 5 über der Nachweissgrenze des verwendeten Leckdetektors liegen.

Die im Folgenden behandelten Prüfverfahren prüfen alle mit Gasen, sei es Luft oder ein spezielles Prüfgas. Die Dichtheit für Flüssigkeiten, insbesondere Wasserdichtheit, ist ein besonderes Thema, da hier zusätzlich die Benetzung, d. h. die Oberflächenspannung, ins Spiel kommt. Für viele Flüssigkeiten, insbesondere Wasser mit seiner hohen Oberflächenspannung, bedeutet das, dass man nach einer Gasleck-Prüfung Dichtheit gegen Flüssigkeitsaustritt mit zusätzlicher Sicherheit annehmen kann.

Einen Leitfaden zur Auswahl des geeigneten Prüfverfahrens findet man in der europäischen Norm DIN EN 1779. Hier sind die üblichen Verfahren kurz beschrieben und es wird auf Randbedingungen und Begrenzungen bei der Durchführung hingewiesen. Eine detailliertere Beschreibung der Verfahren findet sich in den Einzelnormen, die in Tab. 2 aufgeführt sind. Besonders hinzuweisen ist auf die Norm DIN EN ISO 20484, die in einer englisch-französisch-deutschen Gegenüberstellung alle wesentlichen Begriffe der Dichtheitsprüfung enthält.

Bei der Prüfung eines Bauteiles auf Lecks ist immer zuerst eine integrale Dichtheitsprüfung durchzuführen, bevor eventuelle Lecks lokalisiert werden. Durch eine solche Vorgehensweise wird unnötige Arbeit vermieden, die bei der lokalen Lecksuche an eigentlich dichten Teilen anfallen würde. Die Vorgehensweise ist am besten in einem Ablaufdiagramm zu erkennen, wie es Abb. 5 zeigt. Auch im Labor, wenn es sich nicht um eine industrielle Serienprüfung handelt, sollte dieser Ablauf eingehalten werden.

3.2 Verfahren ohne Prüfgas (Druckprüfungen)

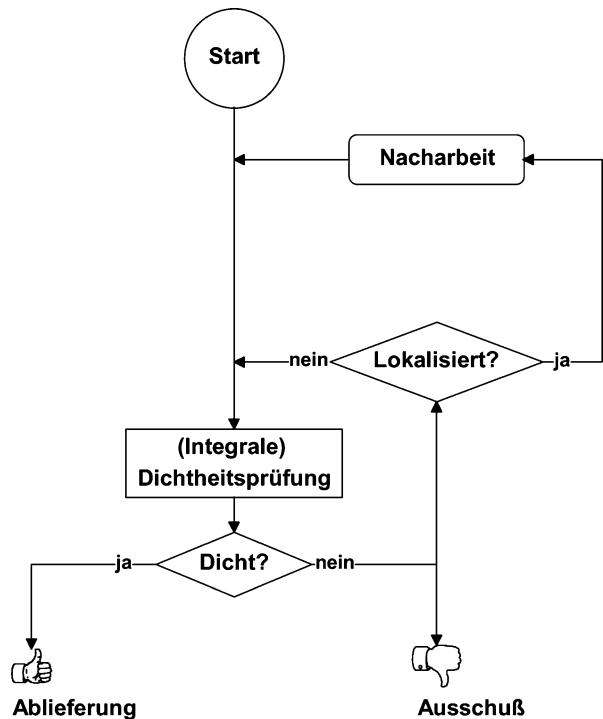
3.2.1 Allgemeines

Im Laufe der Zeit wurden eine Reihe von Prüfverfahren entwickelt, mit denen sich Objekte auf Dichtheit prüfen lassen. Die einfachsten dieser Verfahren benutzen nur das

Tab. 2 Europäische Normen zur Dichtheitsprüfung, von DIN, teilweise von ISO übernommen

Nummer (alt)	Nummer (neu)	Titel der deutschen Normausgabe
DIN EN 1330-8	DIN EN ISO 20484	Zerstörungsfreie Prüfung – Terminologie – Begriffe für die Dichtheitsprüfung
DIN EN 1518		Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Charakterisierung von massenspektrometrischen Leckdetektoren
DIN EN 1779		Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Kriterien zur Auswahl von Prüfmethoden und -verfahren
DIN EN 1593		Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Blasenprüfverfahren
DIN EN 13184		Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Druckänderungsverfahren
DIN EN 13185	DIN EN ISO 20485	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Prüfgasverfahren
DIN EN 13192	DIN EN ISO 20486	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Kalibrierung von Referenzlecks für Gase
DIN EN 13625		Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Anleitung zur Auswahl von Geräten zur Messung von Gas Leckagen

Abb. 5 Ablaufschema für die Durchführung einer Dichtheitsprüfung und Lecklokalisierung



Verhalten des Totaldrucks in einem Prüfobjekt zur Feststellung einer Undichtigkeit. Dazu wird das Prüfobjekt mit Luftüberdruck gegenüber dem umgebenden Atmosphärendruck beaufschlagt oder auf ein gewisses Vakuum heruntergepumpt. Eine erhebliche Verfeinerung der Lecksuche ergibt sich durch die Verwendung von Prüfgas anstelle von Luft, das mit Partialdruckmessgeräten oder speziellen Leckdetektoren quantitativ nachgewiesen werden kann. Nach Füllen mit Prüfgas, Einhüllen in einer Prüfgasatmosphäre oder lokalem Besprühen mit Prüfgas kann man unabhängig von allen virtuellen Lecks, die den Totaldruck beeinflussen, eindeutig die Gesamtleckage eines Prüflings und gegebenenfalls den Ort einzelner Lecks feststellen.

Wegen der Forderung, bei der Dichtheitsprüfung den Betriebsbedingungen so nahe wie möglich zu kommen, spielen in der Vakuumtechnik die Überdruckverfahren eine geringere Rolle, während für die Prüfung allgemeiner Industriebauteile naturgemäß die Überdrucklecksuche das bei weitem häufigste Verfahren ist.

3.2.2 Druckabfallmessung

Die Druckabfallmessung ist das klassische Verfahren der industriellen Massenprüfung, das aber hier nicht im Einzelnen beschrieben werden soll. Einzelheiten können der Norm DIN EN 13184 entnommen werden. Grundsätzlich wird der durch ein Leck verursachte Druckabfall gemessen, nachdem ein Objekt mit einem bestimmten

Prüfdruck gefüllt wurde. Aus dem bekannten Innenvolumen V und der Druckabfallrate $\Delta p/\Delta t$ kann dann die Leckagerate q_{pV} berechnet werden.

Mit der Druckabfallmethode können nur relativ große Lecks ermittelt werden, insbesondere an Teilen, die im Betrieb flüssigkeitsdicht sein müssen (z. B. Getriebe und Motoren in der Automobilindustrie). Bei kleinen Prüflingen kann die Grenzleckage bis herab zu 1 Pa L/s gehen, bei großen Behältern von einigen m³ ist höchstens 100 Pa L/s erreichbar.

Alternativ kann als Leckagerate auch die strömende Gasmenge gemessen werden, die notwendig ist, um einen bestimmten Druck im Objekt aufrechtzuerhalten. In diesem Fall muss Prüflingsvolumen und Druck nur konstant, aber nicht zahlenmäßig bekannt sein, was z. B. bei Prüfungen von Pipelines von Vorteil ist.

3.2.3 Druckanstiegmessung

Bei Vakuumbehältern, insbesondere solchen mit sehr großen Volumina (Chemiereaktor), ist die Druckanstiegsprüfung häufig unverzichtbar, um zunächst die integrale Dichtheit zu testen. Allgemein erzeugt ein einströmender Gasstrom q_{pV} im abgeschlossenen Volumen V einen Druckanstieg $d p/d t$:

$$q_{pV}(t) = V \cdot \frac{dp}{dt} \quad (24)$$

Falls der Druckanstieg durch ein Leck verursacht wird, ist der Leckgasstrom zeitlich konstant und man kann schreiben:

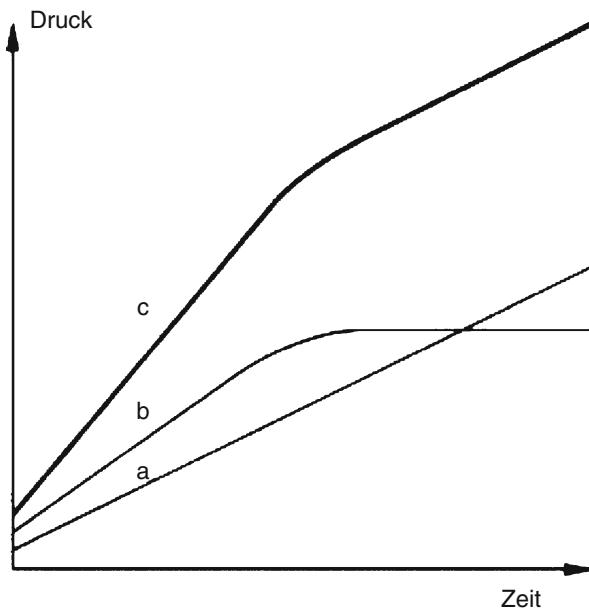
$$q_{pV}(t) = V \frac{\Delta p}{\Delta t} = \text{const.} \quad (25)$$

so dass durch die Messung eines Druckanstiegs Δp im Zeitraum Δt die Leckagerate q_{pV} grundsätzlich bestimmbar ist.

Ein Problem beim Druckanstieg in einer Vakuumkammer besteht aber in der Desorption von Wasserdampf von den Wänden, die unterhalb von 10 Pa merklich einsetzt. Bei reiner Desorption steigt der Druck in einem abgeschlossenen Volumen zunächst an, um einem Gleichgewichtswert zuzustreben, der durch den Dampfdruck von Wasser bei der herrschenden Temperatur und dem Bedeckungsgrad der Wände bestimmt ist. Wenn zusätzlich ein Leckgasstrom auftritt, so ergibt sich ein nichtlinearer Druckanstieg, der nach längerer Zeit in einen linearen Verlauf übergeht, wie Abb. 6 zeigt.

Wenn man die Leckagerate eines Vakuumsystems durch Druckanstiegmessung bestimmen will, muss man deshalb über einen so langen Zeitraum messen, dass man den nicht linearen Teil der Desorptionskurve verlassen hat, um dann im linearen Teil den Druckanstieg $\Delta p/\Delta t$ zu bestimmen. Wichtigste Störgröße ist dabei die Temperatur des Systems, die selbst Druckänderungen ähnlicher Größenordnung wie ein Leck hervorrufen kann. Deshalb ist es oft sinnvoll, über relativ lange Zeiträume zu messen (Stunden) und den Druckverlauf und die Temperatur mitzuschreiben.

Abb. 6 Druckanstieg aufgrund eines Lecks in einem abgeschlossenen Prüfling:
 a nur Leckagerate, b nur Wasserdampfdesorption,
 c Leckagerate und Desorption zusammen



Beispiel 4

In einem Behälter vom Volumen $V = 2 \text{ L}$ soll ein Prozess im Grobvakuumbereich ablaufen. Dementsprechend steht zur Druckmessung ein Membranvakuummeter zur Verfügung, an dem $\Delta p = 100 \text{ Pa}$ sicher abgelesen werden kann. Die Leckagerate darf den Wert $q_L = 10^{-2} \text{ Pa L/s}$ nicht übersteigen. Dann ist nach Gl. 25 zur Messung von q_L eine Standzeit von mindestens $\Delta t = 2 \cdot 10^4 \text{ s} = 5,6 \text{ h}$ erforderlich.

Das Beispiel zeigt, dass bei kleiner Leckagerate q_L eine im Grobvakuum vorgenommene Druckanstiegsmessung ungewöhnlich lange Zeit in Anspruch nimmt. Eine Verkürzung der Zeit wird erreicht, wenn die Druckanstiegsmessung in einem niedrigeren Druckbereich durchgeführt wird. Bei sonst gleichen Daten ergibt sich z. B. bei einem Druck von 10^{-2} Pa , wenn man eine Auflösung des Druckmessgerätes von $1 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$ annehmen kann, nur eine Wartezeit von 2 s. In diesem niedrigen Druckbereich stört dann allerdings wieder die Gasabgabe der Wände erheblich. Man kann in solchen Fällen mehrere Messungen in verschiedenen Druckbereichen vornehmen und damit entscheiden, ob Entgasungsströme auftreten oder es sich um echte Lecks handelt.

Obwohl diese Methode also zeitraubend und ungenau ist, muss man bei sehr großen Systemen darauf zurückgreifen, da ein Integraltest mit Prüfgas in einer Hülle praktisch nicht realisierbar ist.

Das Verfahren des Druckanstiegs im Vakuum wird neuerdings erfolgreich in einer Vakuumkammer angewendet, die aus gummielastischen Folien gebildet ist und dadurch

ein sehr kleines Totvolumen aufweist. Damit kann man Lebensmittelverpackungen ohne besonderes Prüfgas auf Dichtheit prüfen. Siehe dazu auch Abschn. 6.3.

3.2.4 Sonstige Verfahren

Ein weiteres Verfahren, bei dem kein spezielles Prüfgas erforderlich ist, ist die Blasenprüfung im Wasserbad. Die zugrunde liegenden Mechanismen beim Gasaustritt im Wasserbad finden sich in Abschn. 2.3.2. Auch hier soll auf die Norm DIN EN 1593 hingewiesen werden, die alle Formen dieser Methode beschreibt. Die Blasenprüfung weist an Prüflingen, die mit Gasüberdruck gefüllt sind, Undichtigkeiten anhand von am Leckaustritt gebildeten Gasblasen nach. Das Leck zeigt sich entweder nach Untertauchen in Wasser durch eine Kette aufsteigender Gasblasen oder nach Bepinseln mit einer schaumbildenden Lösung als Schaumpilz. Die Attraktivität der Methode ergibt sich aus der unmittelbaren Anschaulichkeit, bei der kein Zweifel über den Ort eines Lecks möglich ist, so dass die Nacharbeit gezielt erfolgen kann.

Allerdings wird diese Methode oft in ihrer Nachweisgrenze überschätzt: Lecks kleiner als 10^{-2} Pa L/s sind nur mit großer Erfahrung, in speziellen Flüssigkeiten oder gar nicht mehr nachzuweisen. Häufig ist das Ziel eines Blasentests der Nachweis von „Wasserdichtheit“. Nach den Ausführungen in Abschn. 2.3.2 wird deutlich, dass Wasserdichtheit und die Abwesenheit von Gasblasen im Wasserbad nicht dasselbe bedeuten. Für Flüssigkeitsaustritt ist der materialabhängige Randwinkel entscheidend, wobei Kunststoffe in der Regel günstiger sind.

Es muss außerdem darauf hingewiesen werden, dass die Blasenprüfung eine Sichtprüfung ist, bei der die Beleuchtung entscheidend sein kann und das Personal regelmäßig auf seine Sehfähigkeit überprüft werden muss. Man erkennt daraus, dass dieses Verfahren nicht die Anforderungen der DIN ISO 9001 Qualitätsnorm hinsichtlich der Verwendung rückführbar kalibrierter Prüfmittel erfüllt. Diese Norm erfüllen nur Verfahren, die objektiv und mit angebbarer Messunsicherheit eine Leckagerate ermitteln können. Die weiter unten beschriebenen Prüfgasverfahren mit Leckdetektoren können dieser Forderung gerecht werden.

3.3 Verfahren mit Prüfgas

3.3.1 Allgemeines

Wie schon weiter oben angedeutet, hat die Verwendung von Prüfgas bei der Lecksuche den großen Vorteil, dass echte Lecks eindeutig von virtuellen unterschieden werden und auch kleine Lecks nachgewiesen werden können, ohne den Totaldruck auf extrem niedrige Werte senken zu müssen. Insbesondere bei industriellen Prüfungen auf kleine Lecks (unterhalb der einfachen Wasserdichtheit) könnten Dichtheitsprüfungen ohne Prüfgas nicht in sinnvollen Prüfzeiten durchgeführt werden, denn bei der Serienprüfung stehen häufig nur Taktzeiten von einigen Sekunden pro Teil zur Verfügung.

Neben der drastischen Verringerung der Prüfzeit ermöglichen Prüfgase auch eine eindeutige Lokalisierung von Lecks. Dazu kann man bestimmte Bereiche eines Prüflings partiell prüfen oder auch direkt die Position einzelner Lecks ermitteln.

Beides ist sowohl bei der Vakuum- als auch bei der Überdruck- oder Schnüffellecksuche möglich.

Prüfgasverfahren sind auch ohne Heliumleckdetektoren möglich, allerdings ist dann die Nachweisempfindlichkeit begrenzt. Im Folgenden werden zunächst die „einfachen“ Prüfgasverfahren (ohne Leckdetektor) beschrieben, dann die Prüfverfahren mit Heliumleckdetektoren, die bis herab zu Grenzleckageraten von 10^{-10} Pa L/s reichen.

3.3.2 Vakuumlecksuche mit von Luft verschiedenen Prüfgasen

In einem Vakuumsystem ist das einfachste Nachweisgerät für ein von Luft verschiedenes Prüfgas ein gasartabhängiges Vakuummeter, wie z. B. ein Wärmeleitungsvakuummeter oder ein Ionisationsvakuummeter, die fast immer vorhanden sind, um den Druck im System zu kontrollieren. In beiden Fällen ergibt sich die Totaldruckanzeige aus dem Gleichgewichtsdruck, den die Pumpen des Systems aus den Desorptionsgasströmen und der durch Lecks einströmenden Luft erzeugen. Ersetzt man nun die Luft vor einem Leck durch Besprühen mit einem Prüfgas, so verändert sich die Anzeige des Druckmessgerätes um einen kleinen Betrag, der von der abweichenden Empfindlichkeit für das Prüfgas und dem Anteil der Leckluft abhängt.

Beispiel 5

Der Totaldruck in einem Vakuumsystem sei 0,1 Pa bei einem installierten Saugvermögen von $S = 10$ L/s. Bei einem Leck von $q_L = 0,1$ Pa L/s ist der daraus resultierende Anteil der Totaldruckanzeige

$$p = \frac{q_L}{S} = \frac{10^{-1} \text{ Pa L/s}}{10 \text{ L/s}} = 10^{-2} \text{ Pa}$$

oder 10 % der Gesamtanzeige. Besprüht man das Leck nun mit Helium, so ist die Anzeige des Leckgasanteils bei einem Ionisationsvakuummeter als Druckmessgerät um ca. einen Faktor 7 geringer, d. h. nur noch ca. $0,14 \cdot 10^{-2}$ Pa. Die Totaldruckanzeige ändert sich also von 0,1 Pa auf ca. 0,09 Pa. Bei anderen Gasen als Helium, z. B. Argon oder Methan (Erdgas!) ist die Änderung entsprechend kleiner.

Man erkennt an diesem Beispiel, dass die Anzeigeeänderung quantitativ nicht auswertbar ist, obwohl bei genauer Beobachtung noch gut erkennbar. Man kann mit dieser Methode lediglich Groblecks erkennen und lokalisieren, aber keine Qualitätsprüfung vornehmen. Die Methode ist damit auf Fälle beschränkt, in denen keine andere Möglichkeit zur Lecksuche besteht.

Eine weit bessere Methode zur Dichtheitsprüfung an Vakuumsystemen besteht in der Verwendung eines echten Partialdruckmessgerätes, wie es z. B. ein Quadrupol-Massenspektrometer ist. Ein solches, auch Restgasanalysator (RGA) genanntes Messgerät zeigt die Gaszusammensetzung im Vakuumsystem als sogenanntes Restgasspektrum (siehe Abb. 8 in ► Kap. 26, „Partialdruckmessung“), bei dem die Dichte der ionisierten Gasbruchstücke als Ionenströme über den verschiedenen Massenzahlen der Teilchen dargestellt werden.

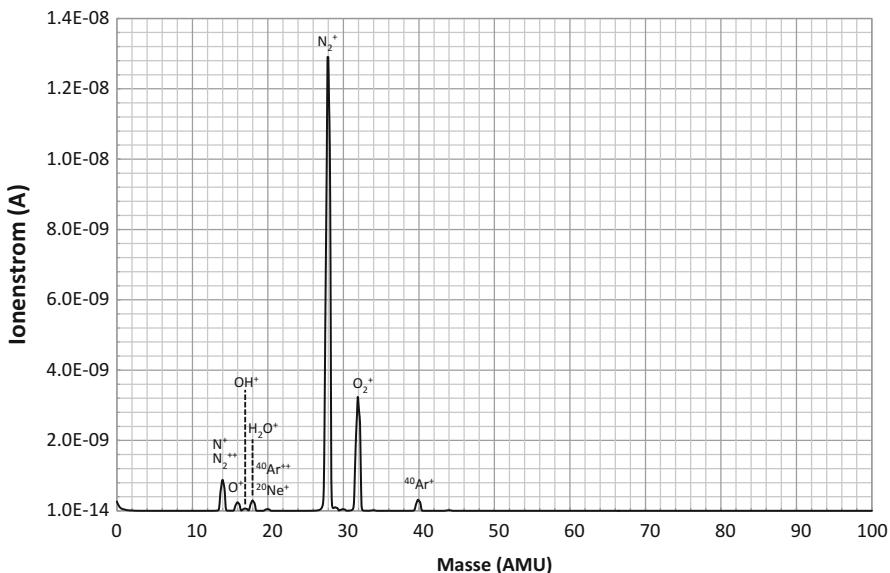


Abb. 7 Massenspektrum eines undichten Vakuumsystems bei einem Totaldruck von $2,1 \cdot 10^{-3}$ Pa

Abb. 7 zeigt als Beispiel das Massenspektrum eines undichten Vakuumsystems bei einem Totaldruck von $2,1 \cdot 10^{-3}$ Pa. Man erkennt, dass der Totaldruck überwiegend vom Wasser bestimmt wird, das eine typische Liniengruppe bei 16, 17 und 18 amu besitzt. Auf den Massen 1 und 2 findet man die Wasserstoff Ionen, wobei die Masse 1 (H^+) vorwiegend vom Wasserdampf bestimmt ist und deshalb höher als die Masse 2 (H_2^+) ausfällt. Auf den Massen 28 und 44 findet man jeweils die CO^+ - und CO_2^+ -Ionen, die aber im Restgas nur durch die Glühkatode der Massenspektrometer-Ionenquelle (Verbrennung von C) hervorgerufen werden. Unträgliches Kennzeichen für das Vorhandensein eines Lecks ist das Auftreten von Sauerstoff (O_2^+) auf der Masse 32 in Verbindung mit der Linie auf der Masse 28, die ungefähr 4-mal so hoch ist wie die O_2^+ -Linie. Die Masse 28 zeigt das Vorhandensein von Stickstoff (N_2^+) an. Da das Verhältnis der Ionenströme i^+ auf Masse 28 und 32 annähernd (bis auf eine Abweichung von 10 % wegen der leichteren Ionisierbarkeit von O_2 dem Verhältnis von Stickstoff zu Sauerstoff in natürlicher Luft entspricht (80 % : 20 % oder 4 : 1), zeigen diese beiden Massenlinien ein Luftleck an. Die Größe dieses Lecks ist einfach zu bestimmen, wenn man die Empfindlichkeit E_{N_2} des Massenspektrometers für Stickstoff (meist aus der Spezifikationsangabe) und das wirksame Saugvermögen S am Vakuumsystem kennt. Es gilt dann für die Leckagerate q_{pV} :

$$q_{pV} = \frac{1}{0,8} \cdot p \cdot S = \frac{i^+}{0,8 \cdot E_{N_2}} \cdot S \quad (26)$$

Man könnte natürlich genauso gut die Masse 32 mit dem Faktor 1/0,2 auswerten, allerdings ist meist nur die Empfindlichkeit für Stickstoff bekannt.

Wenn man das Spektrum betrachtet, erkennt man sofort, dass der Totaldruckanteil vom Wasserdampf größer ist als der Anteil des Lecks. Mit einem Totaldruckmessgerät allein hätte man unter solchen Bedingungen keine Chance zu entscheiden, ob es sich um ein Leck oder zu große Desorptionsgasströme handelt, die gegebenenfalls durch Ausheizen zu beseitigen wären. Das Restgasanalysegerät ermöglicht also eine integrale Dichtheitsprüfung mit dem Prüfgas „Luft“, wobei die wichtigste Störgasart, nämlich der Wasserdampf, sicher von einem Leck unterschieden werden kann. Eine Leck-Lokalisierung ist allerdings auf diese Weise, d. h. ohne ein besonderes Prüfgas, nicht möglich.

3.3.3 Überdrucklecksuche mit von Luft verschiedenen Prüfgasen

Verwendet man bei der Druckprüfung nicht Luft, sondern ein anderes Gas, so kann man Lecks durch Nachweis dieses Gases finden. Meist verwendet man solche Gase, die beim Betrieb der Anlage auch als Betriebsmittel verwendet werden. Bekannt sind z. B. die Gase Schwefelhexafluorid (SF_6) in Hochspannungsschaltern, Methan (CH_4) in Chemieventilen, Kältemittel (Frigene, Ammoniak) in Kälte- und Klimaanlagen. Die Gase werden im Allgemeinen mit Schnüfflern, die speziell für das jeweilige Gas ausgelegt sind, in der umgebenden Atmosphäre nachgewiesen. Die Besonderheiten der Schnüffellecksuche sind im ► Kap. 27, „Leckdetektoren“ ausführlicher beschrieben. Für SF_6 wird meist ein sogenannter Elektroneneinfangdetektor verwendet, für CH_4 der Flammionisationsdetektor, Kältemittel werden mit der Alkali-Ionen-Messzelle (siehe Halogenlecksucher in ► Abschn. 7.2 im Kap. 27, „Leckdetektoren“) detektiert. In neuerer Zeit werden zunehmend auch Infrarotsorptionsverfahren zum Nachweis dieser infraraktiven Gase eingesetzt.

Für Ammoniak ist ein chemischer Nachweis üblich, der gleichzeitig die Leck-Lokalisierung erlaubt. Dazu wird der Prüfling mit Ammoniakgas mit Überdruck gefüllt, wobei der Prüfling mit Ozalidpapier (Blaupauspapier) oder mit in Ozalid getränkten Binden umwickelt wird. An undichten Stellen verfärbt sich dieses Reagenz dunkel. Die Wartezeiten betragen bis zu 12 h bei Nachweisgrenzen von bis zu 10^{-5} Pa L/s. Dieses Verfahren erfordert eine sichere Handhabung und Entsorgung des stark korrosiv wirkenden Ammoniaks, weshalb Ammoniak als Prüfgas keine allgemeine Bedeutung erlangt hat.

4 Lecksuchverfahren mit Heliumleckdetektoren

4.1 Eigenschaften des Heliumleckdetektors

Unter Heliumleckdetektoren sollen im Folgenden Geräte verstanden werden, die Heliumgasströme quantitativ mit einem Massenspektrometer nachweisen und messen können. Die Funktionsprinzipien sind im ► Kap. 27, „Leckdetektoren“ ausführlich dargestellt. Obwohl mit dem Heliumleckdetektor auch Schnüffelverfahren durchgeführt werden können, ist er aufgrund seines Nachweisprinzips ein Vakuumleckdetektor, d. h., der Prüfling oder eine Prüfkammer wird evakuiert. Das von außen durch Lecks in das Vakuum eindringende Helium wird nachgewiesen und

zwar quantitativ als pV -Strom in Volumenstromeinheiten, z. B. Pa L/s oder mbar L/s. Die Kalibrierung erfolgt über Prüflecks, die einen genau bekannten Heliumstrom abgeben. Aufgrund dieser auf nationale Standards rückführbaren Kalibrierung ist der Heliumleckdetektor das einzige Dichtheitsprüfgerät, das die Anforderungen der Qualitätsnorm ISO 9001 uneingeschränkt erfüllt. Deshalb findet er in Betrieben, die nach dieser Norm zertifiziert sind, immer weitere Verbreitung und löst die subjektiven oder qualitativen Verfahren, wie z. B. Blasenprüfung, mehr und mehr ab.

Die für die Anwendung wesentlichen Spezifikationen eines Heliumleckdetektors (nach DIN EN 1518) sind:

- die Leckageratennachweisgrenze mit Angabe der dabei geltenden Zeitkonstante
- das am Einlass herrschende Heliumsaugvermögen, das die Ansprechzeit bei angeschlossenen Prüflingsvolumen und die Empfindlichkeit im Teilstrombetrieb bestimmt
- der maximal zulässige Einlassdruck, von dem der Anschlusspunkt an einer zu prüfenden Anlage abhängt

Die Bedeutung dieser Eigenschaften wird weiter unten bei den Verfahrensbeschreibungen näher erläutert.

4.2 Prüfung von Komponenten

Unter Komponenten sollen im Folgenden Teile verstanden werden, die kein eigenes Vakuumpumpsystem besitzen. Das bedeutet, dass sie stabil genug sind, um vom Leckdetektor selbst in angemessener Zeit auf einen solchen Druck evakuiert werden zu können, dass die Lecksuche durchführbar ist. Die sogenannte Auspumpzeit bis zum erforderlichen Einlassdruck des Leck-Detektors hängt stark vom Zustand des Prüflings ab. Jede Verschmutzung, insbesondere mit Feuchtigkeit, Ölen und Fetten, verlängert die Pumpzeit aufgrund der anfallenden Dämpfe, die abgepumpt werden müssen. Dabei ist es weniger das Prüflingsvolumen, als vielmehr die gesamte innere Oberfläche, die bestimmt ist. Komplizierte Einbauten mit großen Oberflächen und schwer evakuierbaren Spalten und Totvolumina erschweren deshalb die Lecksuche erheblich. Rauе Oberflächen sind mikroskopisch erheblich größer als glatte, die Pumpzeit verlängert sich entsprechend.

4.2.1 Prüfablauf, integrale Prüfung

Entsprechend dem Ablaufdiagramm in Abb. 5 beginnt die Dichtheitsprüfung immer mit einer integralen Prüfung, um den Aufwand einer lokalen Prüfung gegebenenfalls zu vermeiden. Je nach späterer Verwendung kann der Prüfling mit Heliumüberdruck gefüllt und zur Prüfung in eine Vakuumkammer gelegt werden oder er wird selbst evakuiert und in eine Umhüllung mit Helium gelegt. In beiden Fällen wird das Helium dem Druckgefälle folgend ins Vakuum strömen und dort vom Leckdetektor gemessen.

Vakuumbauteile lassen sich sehr einfach integral prüfen, indem man sie an den Einlassflansch des Leckdetektors anschließt, abpumpt und danach mit einer weichen Hülle umgibt (im einfachsten Fall eine Plastiktüte), die man mit Helium füllt. Um die Permeation durch den Anschlussflansch und sonstige Elastomerdichtungen nicht mit zu messen, empfiehlt es sich, die Tüte nicht mit über den Anschlussflansch zum Leckdetektor zu ziehen und das Helium nur einige Sekunden wirken zu lassen und dann wieder wegzunehmen. Alle porenaartigen Lecks zeigen eine unmittelbare Reaktion am Leckdetektor, während Permeationslecks an Klebungen und Dichtungen sekunden- bis Minutenlang brauchen, bis der Anzeigenendwert erreicht ist, was eine klare Unterscheidung ermöglicht (siehe Abschn. 4.2.2). Die quantitative Ablesung der Leckagerate ist nur dann korrekt, wenn zwei Bedingungen beachtet wurden:

1. der Leckdetektor war mit einem (internen oder externen) Prüfleck kalibriert
2. die Hülle war mit 100 % Helium gefüllt (Luft komplett verdrängt)

Die angezeigte Leckagerate entspricht dann der sogenannten „standardisierten Leckagerate“ für Strömung von 1 bar gegen Vakuum (siehe auch DIN EN ISO 20484) und braucht nicht weiter korrigiert zu werden. Bauteile, die mit Heliumüberdruck gefüllt wurden, können ebenso einfach in einer Vakuumkammer (z. B. aus Flanschbauteilen erstellt) geprüft werden, die an den Einlass des Leckdetektors angeschlossen ist. Nach dem Einbringen des Prüflings wird die Kammer abgepumpt und die angezeigte Leckagerate ist die (noch unkorrigierte!) Gesamtundichtigkeit des Prüflings. Es empfiehlt sich, vorher einmal die Kammer leer zu messen, um Lecks der Kammer selbst auszuschließen. Allerdings wirken sich solche nur in groben Fällen aus, da ja außerhalb der Prüfkammer nur 5 ppm Heliumkonzentration herrschen. Bei industriellen Prüfungen wird meist dieses Prüfkammerverfahren angewendet, weil die Prüflinge fast immer Überdruck enthalten.

Zur Umrechnung auf die standardisierte Leckagerate muss bei Prüflingen, die mit Überdruck gefüllt waren, eine Druck- und Konzentrationskorrektur der Leckagerate durchgeführt werden. Zwei Korrekturen sind notwendig:

1. Konzentrationskorrektur: falls das Prüfgas nur einen Prozentsatz x an Helium enthielt, so ist die standardisierte Leckagerate um den Faktor $100/x$ größer.
2. Druckkorrektur: es muss zunächst entschieden werden, ob es sich um laminar-viskose oder molekulare Strömung handelt. Als Faustregel kann gelten:
 - laminar-viskose Strömung bei gemessenen Leckageraten über 10^{-2} Pa L/s,
 - molekulare Strömung bei gemessenen Leckageraten unter 10^{-5} Pa L/s.

Entsprechend der bestimmten Strömungsart wird nun eine Leckageratenumrechnung vorgenommen, bei der entweder durch das Quadrat des Fülldrucks (laminarer Fall) oder durch den Prüfdruck dividiert wird (molekularer Fall). Bei Leckageraten dazwischen muss der molekulare Wert als konservative Abschätzung (größtmögliche Standardleckagerate) genommen werden.

4.2.2 Vorgehen zur Lecklokalisierung

Neben der integralen Dichtheitsprüfung erlaubt die Verwendung von Prüfgas auch die Lokalisierung von Leckstellen. Dies ist dann möglich, wenn das Prüfgas lokal begrenzt von außen auf den Prüfling gesprührt wird. Im Innern des Prüflings breitet es sich in dem herrschenden Vakuum sehr schnell aus, so dass eine eindeutige Korrelation zwischen dem Sprühvorgang und der Reaktion des Leckdetektors hergestellt werden kann. Wesentliche Voraussetzung für eine genaue Lokalisierung ist naturgemäß die eng begrenzte Aufbringung von Prüfgas in möglichst hoher Konzentration. Hierzu verwendet man eine entsprechende Feinsprühspitze, die nicht zu viel Prüfgas abgeben darf, damit benachbarte Lecks noch nicht zur Anzeige beitragen. Da dies insbesondere bei großen Lecks nicht immer zu vermeiden ist, beseitigt man zweckmäßigerweise große Lecks zuerst oder verschließt sie provisorisch (z. B. mit Alkohol, der nach einiger Zeit wieder verdampft). Durch Einhüllen der interessierenden Stelle, z. B. durch Abkleben mit Folie, ist auch eine lokal begrenzte Prüfung möglich.

Wenn ein Leck an einem gepumpten Prüflingsvolumen mit Helium besprührt wird, so wird in jedem Fall eine endliche Zeit vergehen, bis die zugehörige Leckanzeige am Leckdetektor auftritt bzw. ihr Maximum erreicht. Die Art, wie dies geschieht, wird durch den physikalischen Mechanismus beim Transport des Heliums im Prüfling bestimmt. Insbesondere der momentan herrschende Totaldruck im Prüfling spielt dabei eine wesentliche Rolle. Man unterscheidet drei unterschiedliche Mechanismen im Zeitverhalten: Totzeit, Ausgleichszeit und Anlaufzeit.

Eine Totzeit t_0 ist ihrer Natur nach eine Laufzeit, wie sie praktisch nur im viskosen Strömungsbereich vorkommt. Sie ergibt sich aus dem Quotient von zurückzulegender Entfernung l und Strömungsgeschwindigkeit V eines Prüfgases in einer viskosen Strömung. Es gilt näherungsweise der Zusammenhang

$$t_0 = \frac{l}{V} \quad (27)$$

t_0 ist die Zeit, die ohne Reaktion bis zum Auftreten einer Anzeige vergeht, wie in Abb. 8 dargestellt.

Eine Ausgleichszeit ist ihrer Natur nach die Zeit, die vergeht, bis ein bestimmtes Volumen mit dem Prüfgas bis zum Gleichgewichtsdruck gefüllt ist. Sie tritt im viskosen wie im molekularen Strömungsbereich auf. Die Ausgleichszeit τ ergibt sich aus dem Quotient vom Volumen V des Prüflings und dem Heliumsaugvermögen S_{He} am Prüfling (analog einer elektrischen Zeitkonstante, die sich aus einer Kapazität und dem Entladewiderstand ergibt):

$$\tau = \frac{V}{S_{\text{He}}} \quad (28)$$

Die Ausgleichszeit (oder Zeitkonstante) nach obiger Definition ist die Zeit, in der die Anzeige 63 % ihres Endwertes erreicht (Abb. 9).

Abb. 8 Totzeit (Laufzeit) bei einer Leckageratenendanzeige A_0

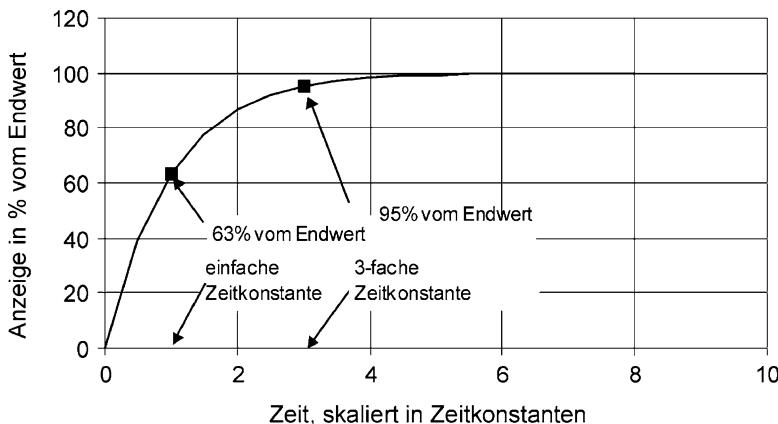
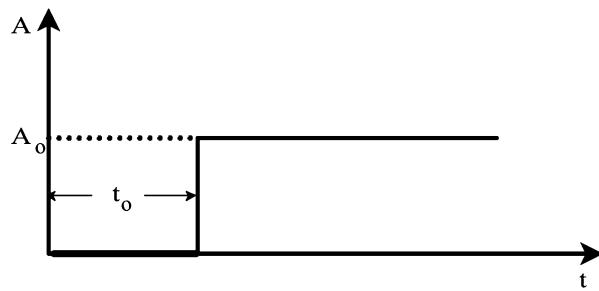


Abb. 9 Anstieg des Signals bei der Lecksuche an einem Behälter mit Volumen

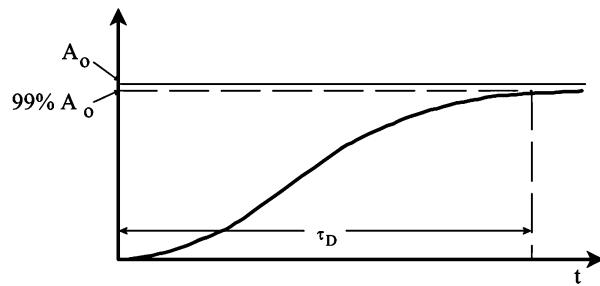
Die Zahl von $63\% (=1 - e^{-1})$ ergibt sich aus dem exponentiell ansteigenden Prüfgaspartialdruck in einem gepumpten Prüfling. Theoretisch wird die Endanzeige nur asymptotisch erreicht, nach drei Zeitkonstanten werden aber 95% des Endwertes angezeigt.

Eine Anlaufzeit ist ihrer Natur nach eine Zeit, die vergeht, wenn Prüfgas über eine gewisse Entfernung diffundieren muss, ohne dass sich das gesamte Gas im System bewegt. Diffusion tritt im molekularen wie im viskosen Strömungsgebiet auf, jedoch sind nur bei hohen Drücken (d. h. im viskosen Bereich) die Diffusionszeiten praktisch störend. Diffusion von Prüfgas tritt insbesondere dann auf, wenn der Lecksucher mit einem längeren Schlauch an einen Bereich höheren Drucks ($> 1 \text{ hPa}$) angeschlossen wird und erst kurz vor dem Lecksucher eine Drossel sitzt.

Solche Anordnungen sollten zwar möglichst nicht vorkommen, sind aber nicht immer zu vermeiden. In diesem Fall bewegt sich das Gas im Schlauch praktisch nicht und das Prüfgas erreicht die Drossel nur durch Diffusion, d. h., der Transport erfolgt nur aufgrund der Partialdruckdifferenz.

Die charakteristische Anlaufzeit in dieser Situation ergibt sich aus Gl. 16. Die Anlaufzeit nach obiger Definition ist die Zeit, in der die Anzeige 99% ihres Endwertes

Abb. 10 Anlaufzeit durch Diffusion für eine Leckageratenendanzeige A_0



erreicht. Zu beachten ist dabei, wie Abb. 10 zeigt, dass die Anzeige zu Beginn langsamer (mit waagerechter Tangente) steigt als bei einer Ausgleichszeit (mit linearem Anfangsanstieg). Wesentlich ist außerdem, dass die Diffusionsstrecke L die Zeit quadratisch verlängert, eine kurze Schlauchlänge also wichtiger als niedriger Druck ist!

4.3 Prüfung von Vakuumanlagen

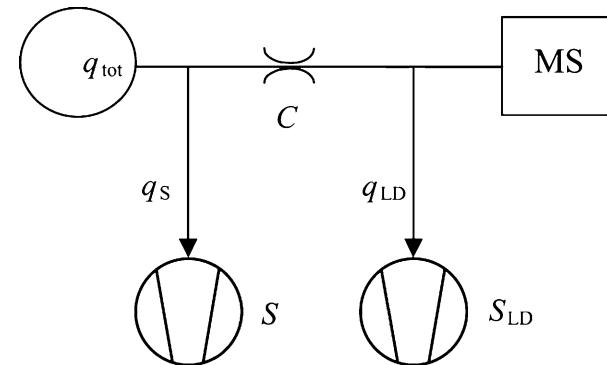
Bei Vakuumanlagen ist, im Gegensatz zur Komponentenprüfung, ein eigener Pumpensatz vorhanden. Man kann zwar den Leckdetektor anstelle der Anlagenpumpe zur Aufrechterhaltung des Vakuums im System benutzen (dann hat man die volle Heliumempfindlichkeit, denn alles Helium muss durch den Leckdetektor fließen), aber das Einlass-Saugvermögen des Leckdetektors ist meist erheblich kleiner als das Anlagensaugvermögen, so dass diese Arbeitsweise häufig zu einer unerträglich langen Ansprechzeit führt. Bleibt die Anlagenpumpe mit dem Leckdetektor zusammen in Betrieb, so fließt allerdings nur ein Teil des Heliums, das durch Lecks in das Anlagenvakuum dringt, auch durch den Heliumleckdetektor: Man arbeitet im so genannten Teilstrombetrieb.

Der Teilstrombetrieb wird auch angewendet, wenn große Behälter (die nicht Vakuumbehälter sein müssen) mit dem Vakuumverfahren geprüft werden sollen. Man benutzt dann neben dem Leckdetektor eine zusätzliche Hilfspumpe, die die Vorevakuiierung übernimmt, aber auch für eine kurze Ansprechzeit sorgt. Bei „schmutzigen“ Behältern ist die Hilfspumpe unerlässlich, schon wegen der großen Desorptionsgasströme, die der Leckdetektor allein nicht bewältigen könnte.

4.3.1 Allgemeines zum Teilstromverfahren

Die Anordnung im Teilstromverfahren ist schematisch in Abb. 11 dargestellt. Der gesamte Leckgasstrom $q_{\text{Leck}} = q_{\text{tot}}$ aus dem System teilt sich auf zwischen dem Teilstrom q_S in die Anlagenpumpe mit Saugvermögen S und dem Teilstrom q_{LD} in den Leckdetektor mit Saugvermögen S_{LD} . Der Lecksucherteilstrom q_{LD} wird zur Anzeige gebracht und muss daher aus den Saugvermögensverhältnissen berechnet werden. Hierbei gelten die folgenden beiden Gleichungen für die Gasströme bei gegebenem Systemdruck p_{Sys} :

Abb. 11 Teilstromverfahren mit Drossel vom Leitwert C in der Leitung zum Leckdetektor



$$q_{\text{tot}} = (C + S) \cdot p_{\text{Sys}}(a) \quad \text{und} \quad q_{\text{LD}} = C \cdot p_{\text{Sys}}(b) \quad (29)$$

Durch Elimination des Systemdrucks p_{Sys} erhält man die Beziehung

$$q_{\text{LD}} = \frac{C}{C + S} \cdot q_{\text{tot}} = \gamma \cdot q_{\text{tot}} \quad (30)$$

wobei γ den sogenannten Teilstromfaktor bezeichnet, der den Empfindlichkeitsverlust in dieser Betriebsart gegenüber dem direkten Anschluss des Leckdetektors beschreibt. Im Allgemeinen ist der Leitwert der Drossel C klein gegen das Anlagensaugvermögen S , so dass in den meisten Fällen einfach $\gamma = C/S$ gesetzt werden kann.

Die Drossel C ist nur dann nötig, wenn der Anlagendruck p_{Sys} höher als der zulässige Einlassdruck des Leckdetektors ist, denn der für den Lecksucher wirksame Einlassdruck hinter der Drossel ist um das Verhältnis C/S_{LD} niedriger als der Anlagendruck.

Die obige Formel kann nur zur Abschätzung des Teilstromfaktors γ bei der Planung einer Lecksuche dienen. Um die angezeigten Leckageraten quantitativ auswerten zu können, bestimmt man γ in der Praxis durch Anschluss eines bekannten Prüflecks an die Anlage. Den Teilstromfaktor γ erhält man dann einfach durch Division der angezeigten und der tatsächlichen Leckagerate des Lecks. Bei modernen Leckdetektoren wird der Teilstromfaktor bei einer Kalibrierung mit einem externen Anlagenleck automatisch bestimmt und gespeichert, so dass danach Leckageraten richtig angezeigt werden.

4.3.2 Anschlusspunkte des Lecksuchers an der Vakuumanlage

Das Saugvermögen der an einer Vakuumanlage vorhandenen Pumpen ist normalerweise so ausgelegt, dass im Teilstromverfahren brauchbare Ansprechzeiten erreicht werden. Um bei kurzer Ansprechzeit auch eine möglichst große Empfindlichkeit bei der Anlagenlecksuche zu erreichen, ist es aber wichtig, die Anschlussposition des Leckdetektors an der Anlage richtig zu wählen. Es gibt grundsätzlich drei verschie-

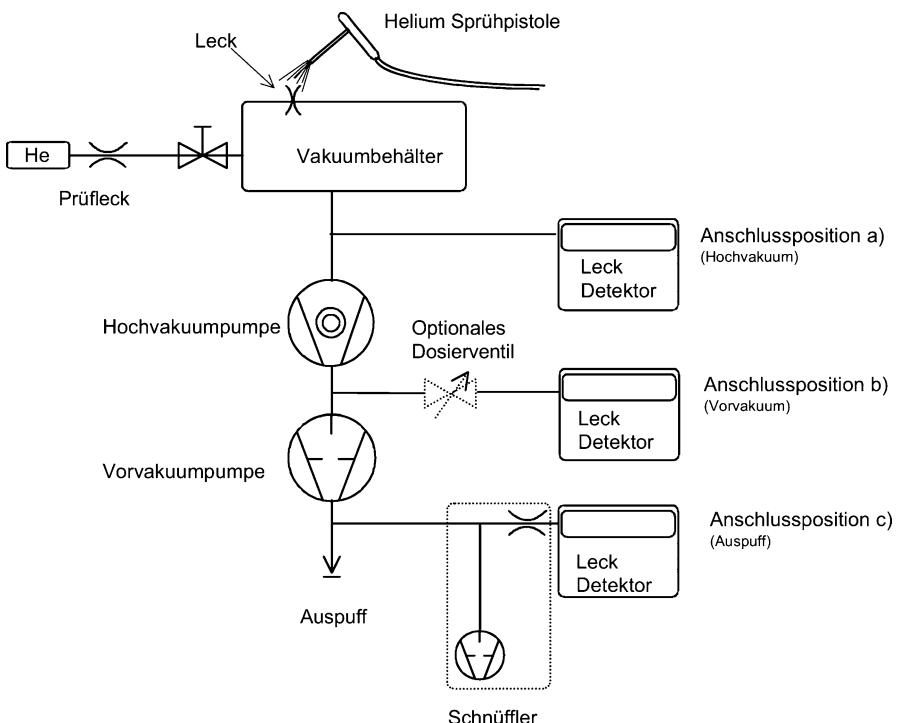


Abb. 12 Anschlusspunkte des Leckdetektors bei der Anlagenlecksuche

dene Möglichkeiten, einen Leckdetektor an einer Vakumanlage anzuschließen, mit jeweils unterschiedlichem Teilstromverhältnis:

- im Hoch- oder Arbeitsvakuum des Prozessraumes
- im Vorvakuum des Pumpsatzes
- an der Auspuffleitung des Pumpsatzes

Diese Möglichkeiten zeigt Abb. 12. Während am Hoch- oder Arbeitsvakuum (Position a) immer ein genügend niedriger Druck für den Leckdetektor herrscht, muss man an den beiden anderen Anschlusspositionen unter Umständen mit Drosseln arbeiten, um den Einlassdruck des Leckdetektors nicht zu überschreiten. Moderne Gegenstromleckdetektoren vertragen eigentlich immer einen genügend hohen Einlassdruck, um im Vorvakuum (Position b) angeschlossen zu werden. Deshalb ist diese Anschlussart in den meisten Fällen die günstigste und oft schon vom Anlagenbauer mit einem Prüfflansch vorbereitet.

Wenn der Anlagendruck höher als der maximal zulässige Einlassdruck des Leckdetektors ist, dann wird der Leckdetektor nicht mehr direkt, sondern über ein Drosselventil angeschlossen. Durch Variation der Öffnung im Ventil kann dann der Druck im Leckdetektor richtig justiert werden, um maximale Empfindlichkeit bei gegebenem Druck zu erreichen.

Ist eine Position im Zwischenvakuum oder Vorvakuum nicht zugänglich oder ist der Druck selbst für ein Drosselventil zu hoch, so bleibt immer die Möglichkeit, einen Schnüffler am Auspuff der Anlage (Position c) einzusetzen, am besten ein Gerät mit eigener kleiner Förderpumpe, die Gas aus dem Auspuff zum Leckdetektor fördert. Hier kommt zwar ein weiterer Teilstrom zum Tragen, dennoch ist eine Lecksuche oft noch in Fällen möglich, in denen man sonst keinen Zugang zum System findet (z. B. Kraftwerkskondensator).

Im Falle niedrigen Anlagendrucks (unter 10^{-2} Pa) kann zwar der Leckdetektor ohne Probleme für ihn selbst angeschlossen werden, es ist jedoch möglich, dass dabei die Anlage durch Ölrückströmung aus den Leckdetektorpumpen verschmutzt wird.

In dieser Situation ist es sinnvoll, den Leckdetektor an der Vorvakuumleitung anzuschließen, wo man häufig auch einen günstigeren Teilstromfaktor erzielt, da das Saugvermögen der Vorvakumpumpe im Vergleich zum Lecksucher eine ähnliche Größenordnung hat. Wenn dies z. B. an UHV-Anlagen nicht möglich ist, weil kein geeigneter Anschluss vorhanden ist oder weil eine Kryo- oder Getterpumpe die Anlage pumpt, können die folgenden Maßnahmen angewendet werden:

- Kühl- oder Adsorptionsfalle vor den Leckdetektor setzen
- Gegenstromleckdetektor mit TMP am Einlass einsetzen
- Quadrupol-Massenspektrometer verwenden (im UHV mit Elektronenmultiplier)

Durch das Arbeiten mit Drosseln im Teilstrombetrieb ergeben sich entsprechende Empfindlichkeitsverluste, da nur ein kleiner Teil des Leckgasstromes durch den Leckdetektor fließt. Um sich ein Bild von den nachweisbaren Leckageraten und den dabei auftretenden Ansprechzeiten zu machen, ist es unerlässlich, ein Prüfleck der gewünschten Leckgrößenordnung an der am weitesten vom Leckdetektor entfernten Stelle der Anlage anzuschließen. Die Größe der davon erzeugten Anzeige sowie die Zeit, die nach dem Schließen des Lecks bis zu einer bestimmten Restanzeige vergeht, sind die entscheidenden Kenngrößen, nach denen die Lecksuchmethode beurteilt werden kann.

Folgende Maßnahmen können ergriffen werden, falls Empfindlichkeit und/oder Ansprechzeit unbefriedigend sind:

Empfindlichkeit zu klein:

- Teilstromverhältnis verkleinern, so dass mehr Gas in den Leckdetektor gelangt;
- Leckdetektor an einer Stelle kleineren Saugvermögens der Anlage (Vorvakuum, Auspuff) anschließen;
- Anlagensaughvermögen drosseln, falls der Druck nicht zu hoch ist (eventuell bis auf null, dann fließt alles Gas durch den Leckdetektor);
- Saugvermögen des Leckdetektors erhöhen (Drosselventil weiter öffnen oder weglassen).

Ansprechzeit zu lang:

- Verkleinern der Totzeit durch geringeren Abstand des Leckdetektors vom vermuteten Leck;

- Verkleinern der Ausgleichszeit durch Position des Leckdetektors an Stelle, wo V/S kleiner ist (z. B. Vorvakuum!);
- Verkleinern der Anlaufzeit durch Positionierung der Entnahmedrossel in den Gasstrom („Sonde“) und nicht am Rand eines Rohres oder Behälters.

„Schmutzige“ Anlage:

An Anlagen, die eigentlich nicht als Vakuumanlagen konzipiert sind, aber mit der Vakummethode geprüft werden, tritt das Problem der Verschmutzung des Leckdetektors durch die Anlage auf. Staub, Dämpfe, korrosive Gase können die Pumpen des Leckdetektors nur bedingt verkraften. Die richtigen Gegenmaßnahmen sind im Einzelfall zu prüfen, als hilfreich haben sich bewährt:

- Leckdetektor mit Gegenstromprinzip einsetzen;
- Kühlfalle vor dem Leckdetektor einsetzen;
- Kondensat Abscheider, Staubfilter vor Leckdetektor einsetzen.

4.3.3 Nachweisempfindlichkeit und Ansprechzeit

Eine kurze Ansprechzeit ist die wichtigste Forderung bei der lokalen Lecksuche, denn sonst ist der direkte Zusammenhang zwischen der Sprühaktion und der Signalantwort nicht gegeben und ein Leck wird schwer lokalisierbar. Der Leckdetektor sollte deshalb ein großes Einlass-Saugvermögen für Helium (S_{He}) haben, denn die Ansprechzeitkonstante ist bekanntlich $\tau = V/S_{He}$, wobei V das Anlagenvolumen ist. Bei Ansprechzeiten, die einige Sekunden überschreiten, sprüht man häufig deutlich kürzer als die Zeitkonstante. Abb. 13 zeigt, was dies bedeutet: Scheinbar ist die

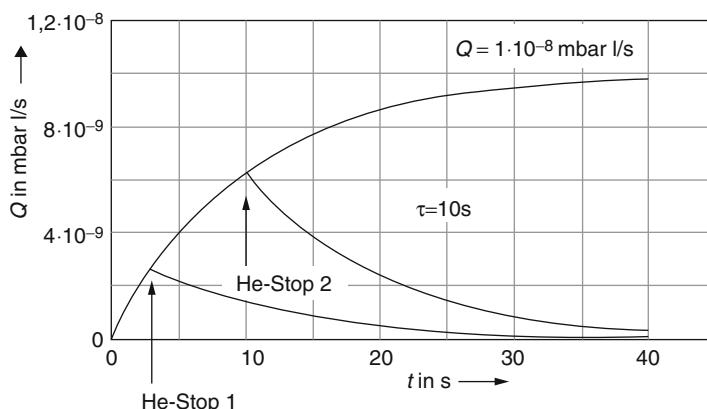


Abb. 13 Signalanstieg nach Sprühen von Helium bis zur Endanzeige bzw. nur bis zu einer reduzierten Anzeige, wenn das Heliumsprühen zu früh abgebrochen wird: bricht man – bei einer Zeitkonstante von $\tau = 10 \text{ s}$ – das Heliumsprühen bereits nach ca. 3 s ab, so erhält man für ein Leck von $1 \cdot 10^{-8} \text{ mbar L/s}$ ($1 \cdot 10^{-6} \text{ Pa L/s}$) nur eine Anzeige von ca. $2,7 \cdot 10^{-9} \text{ mbar L/s}$ ($2,7 \cdot 10^{-7} \text{ Pa L/s}$), sprüht man eine Zeitkonstante lang, so erhält man 63 % des Endwertes oder $6,3 \cdot 10^{-9} \text{ mbar L/s}$ ($6,3 \cdot 10^{-7} \text{ Pa L/s}$). Erst nach drei Zeitkonstanten oder 30 s Sprühen ist die Abweichung vom Endwert nur noch 5 %, was akzeptabel ist

Nachweisempfindlichkeit reduziert, da nicht lange genug Helium ansteht, um den vollen Anstieg auf den Signalendwert zu ermöglichen. Per definitionem erhält man nur 63 % der Anzeige, wenn man nur eine Zeitkonstante lang sprüht (He-Stop 2) und noch viel weniger, wenn die Zeit kürzer ist (wie bei He-Stop 1). Kennt man die Zeitkonstante der Lecksuchanordnung, so sollte man anstreben, ca. drei Zeitkonstanten lang zu sprühen, um auf ca. 95 % der Endanzeige zu kommen.

Auch dieses Verhalten kann man durch Verwendung eines Prüfleckes an der Anlage testen. Es ist allerdings darauf zu achten, dass das Leck so konstruiert ist, dass es sich zum Besprühen mit Helium eignet (bei reinen Kalibrierlecks befindet sich häufig vor dem Leck-Eingang ein größeres Totvolumen, was eine lange Ansprechzeit erzeugt).

Zur Ermittlung der Zeitkonstante eines Vakuumsystems mit einem Prüfleck (Abb. 14) (in diesem Fall ein Leck mit Gasvorrat zur Erzeugung einer stationären Leckagerate) würde der Unerfahrene einfach das Ventil vor dem Prüfleck öffnen und den exponentiellen Anstieg der Leckageratenanzeige auswerten. In der Praxis sollte man allerdings umgekehrt vorgehen, um Signalverfälschungen durch angesammeltes Helium vor dem geschlossenen Prüfleckventil zu vermeiden: Man beobachtet die Prüfleckanzeige an der Anlage eine Zeit lang (am besten mit Schreiber) bis sie stabil ist und schließt dann das Leck so schnell wie möglich. Der Abfall der Anzeige folgt dem gleichen Exponentialgesetz wie der Anstieg und kann ähnlich ausgewertet werden: nach der Zeit τ ist die Anzeige um 63 % (oder auf 37 %) des Gleichgewichtswertes gefallen.

4.4 Überdruck-(Schnüffel-)Lecksuche mit dem Heliumleckdetektor

Mit Helium als Prüfgas ist auch eine Schnüffellecksuche an Komponenten möglich, die nicht mit Gas gefüllt sind oder deren Füllgas selbst nicht nachgewiesen werden

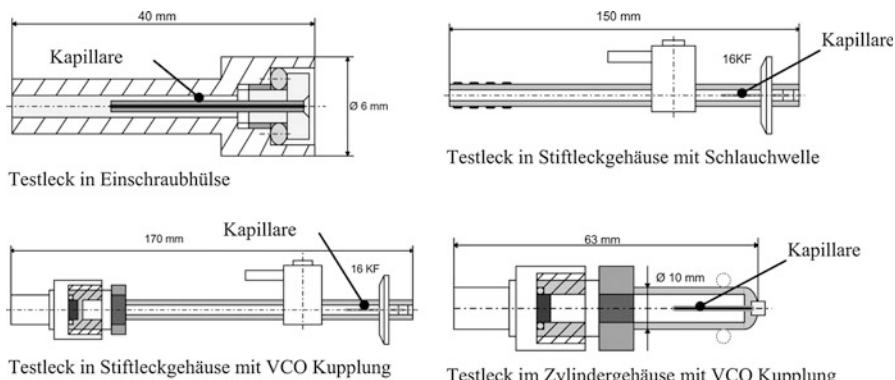


Abb. 14 Bauformen von industriellen Prüfleckes, die sich zum direkten Besprühen mit Helium eignen. Solche Lecks werden kundenspezifisch mit der gewünschten Grenzleckagerate hergestellt (INFICON GmbH, Köln). Das eigentliche, die Leckagerate bestimmende Element ist eine Glaskapillare, gehalten in einer kleinen Metalldüse und eingeklebt in das vom Kunden gewünschte Gehäuse

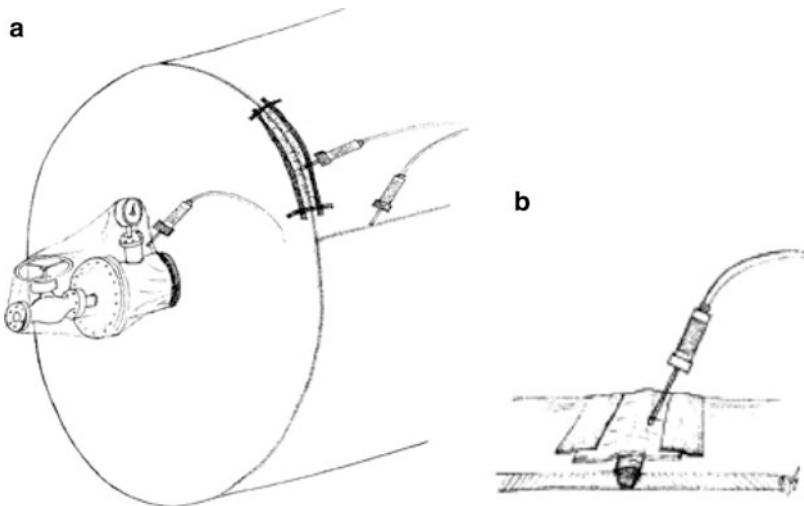


Abb. 15 **a** Einhüllen, Abkleben und lokales Abschnüffeln von Bereichen an einem mit Helium gefüllten Wärmetauscher; **b** Prüfung einer Schweißnaht durch Einführen der Schnüffelspitze in den mit Folie abgeklebten Bereich

kann. Solche Fälle treten auf bei Vorprüfungen oder bei der Nacharbeit von als undicht erkannten Teilen. In beiden Fällen setzt man die Prüflinge unter Heliumüberdruck und benutzt einen Heliumschnüffler, um austretendes Helium nachzuweisen.

4.4.1 Integrales Verfahren (total oder partiell)

Beim integralen Schnüffelverfahren wird der Prüfling in eine weiche Hülle eingehüllt (totale Prüfung) oder Bereiche eingehüllt oder mit Folie abgeklebt, wie Abb. 15 zeigt.

Bei diesem Verfahren wird der Konzentrationsanstieg in der Hülle bzw. dem abgeklebten Bereich ermittelt, nachdem eine angemessene Wartezeit nach Füllen des Prüfobjektes mit Helium vergangen ist. Zunächst dient diese Methode nur der reinen Dichtheitsprüfung und nicht der quantitativen Bestimmung einer Leckagerate. Bei Atmosphärendruck p_{atm} , bekanntem Hüllenvolumen V_H und gemessener Wartezeit Δt kann allerdings auch die Leckagerate q_{He} berechnet werden, die zu dem gemessenen Partialdruckanstieg Δp_{He} bzw. Konzentrationsanstieg Δc_{He} geführt hat. Dabei gilt:

$$q_{\text{He}} = V_H \cdot \frac{\Delta p_{\text{He}}}{\Delta t} = V_H \cdot p_{\text{atm}} \cdot \frac{\Delta c_{\text{He}}}{\Delta t} \quad (31)$$

Den Heliumkonzentrationsanstieg Δc_{He} in der Hülle ermittelt man einfach durch Vergleich mit der natürlichen Luftheilumkonzentration:

$$\frac{\Delta c_{\text{He}}}{5 \cdot 10^{-6}} = \frac{I_{\text{Hüle}} - I_{5 \text{ ppm}}}{I_{5 \text{ ppm}}} \quad (32)$$

Zur Auswertung nach Gl. 32 misst man die Anzeige für das Luftheilum $I_{5\text{ppm}}$ und die Anzeige $I_{\text{Hüllle}}$ für die Hüllenkonzentration nach Ablauf der Wartezeit Δt .

4.4.2 Leck Lokalisierung mit dem Schnüffler

Zur Leck-Lokalisierung wird die Tatsache ausgenutzt, dass in die Atmosphäre austretendes Helium eine stationäre Diffusionswolke vor dem Leck bildet, die mit einer Schnüffelsonde detektiert werden kann (Abschn. 1.2). Die Leck-Lokalisierung durch Schnüffeln ist in der industriellen Lecksuche das häufigste Verfahren zur Nacharbeit fehlerhafter Komponenten, da die meisten Bauteile im Betrieb Überdruck enthalten und auch unter dieser Bedingung geprüft werden.

Bei der Leck Lokalisierung mit der Schnüffelsonde ist die Schnüffelgeschwindigkeit von besonderer Bedeutung, da durch die unvermeidliche Ansprechzeit der Schnüffeleinrichtung die Leckposition scheinbar verschoben erscheint (Abb. 2), und zwar umso mehr, je schneller die Schnüffelsonde am Leck vorbeigeführt wird. Das Finden eines Lecks wird also durch geringe Schnüffelgeschwindigkeit verbessert, allerdings steigt der Zeitaufwand dadurch stark an. Deshalb gilt auch hier: immer die integrale Dichtheitsprüfung vor der Leck-Lokalisierung durchführen (siehe Abb. 5).

5 Lecksuchverfahren mit anderen Prüfgasen als Helium

5.1 Allgemeines

Wenn als Prüfgas nicht Helium verwendet wird, kann zur Dichtheitsprüfung das Vakuumverfahren nicht sinnvoll angewendet werden. Obwohl prinzipiell der Nachweis aller Prüfgase mit dem Massenspektrometer möglich ist, muss beim Vakuumdichtheitsprüfverfahren zur Erzielung kurzer Abpumpzeiten eine Separierung des Prüfgases vom Restgas, insbesondere vom Wasserdampf erfolgen.

Dies wird bekanntlich im Hauptstromleckdetektor in einer Kühlgefalle mit flüssigem Stickstoff, im Gegenstromleckdetektor durch die unterschiedliche Kompression der Turbopumpe erreicht (siehe ► Abschn. 3.6 im Kap. 27, „Leckdetektoren“). Beide Methoden sind für kondensierbare Gase oder Gase mit höherem Molekulargewicht nicht anwendbar. Deshalb werden alle Prüfgase außer Helium ausschließlich im Schnüffelverfahren nachgewiesen.

5.2 Schnüffellecksuche an Kälte-/Klimaanlagen

Ein besonders wichtiges Arbeitsgebiet in Industrie und Handwerk ist die Dichtheitsprüfung von Kälte- und Klimaanlagen. Insbesondere in der industriellen Prüfung kommt es auf den Nachweis von sehr kleinen Kältemittelverlusten in der Größen-

ordnung von einigen Gramm pro Jahr (g/a) an, da bei Kältemittel Füllmengen bis herab zu 20–30 g in Kühlchränken mit Lebensdauern von 20 bis 30 Jahren erzielt werden müssen. Im Allgemeinen prüft man ein komplett montiertes Kältesystem mit Helium integral vor, füllt es danach mit Kältemittel und muss dann nur noch die verlötzte Füllstelle auf Kältemittelaustritt prüfen.

Die Prüfung auf Kältemittelleckagen erfolgt durch lokale Schnüffellecksuche mit speziellen Geräten, die für Kältemittel empfindlich sind (siehe hierzu ► Abschn. 7 im Kap. 27, „Leckdetektoren“). Im Unterschied zur üblichen lokalen Schnüffellecksuche wird in dieser Anwendung nicht der Ort des Lecks festgestellt (es wird ja nur eine Stelle untersucht), sondern es soll eine Überschreitung der zulässigen Grenzleckagerate quantitativ geprüft werden.

Hierzu wird der gewünschte Schwellwert für die Grenzleckagerate durch ein Prüfleck dargestellt und im Gerät bei einer Kalibrierung gespeichert. Bei der Prüfung ist lediglich eine „Gut/Schlecht“-Anzeige gefordert, die meist sowohl optisch als auch akustisch erfolgt.

Die besondere Problematik dieser Anwendung liegt in den Fehlanzeigen, die durch die Anwesenheit von Störgasen hervorgerufen werden können. Solche Störgase sind einerseits das Kältemittel selbst, das sich als Untergrundkonzentration in der Umgebung befindet, aber auch andere Gase oder Dämpfe, die ebenfalls eine Anzeige auf dem Leckdetektor erzeugen.

Es gibt eine große Vielfalt bei den modernen Kältemitteln, die außerdem auch als Aufschäumgase für Isolierplatten (in Kühlchränken) und Polsterschäume (im Auto) verwendet werden und eine Vielzahl anderer Stoffe, wie Lösungsmittel, Waschflüssigkeiten, Bremsflüssigkeit usw. All diese Stoffe erzeugen im einfachen Alkalionen-Leckdetektor Signale, die als Leck gedeutet werden könnten. Es muss deshalb auf eine gute Belüftung und Abschirmung der Prüfplätze Wert gelegt werden. Erst durch moderne Gerätetechniken, wie den Infrarotdetektor und Referenzgasverfahren wurden in jüngster Zeit Lösungen für diese Probleme angeboten (siehe auch hierzu ► Abschn. 7 im Kap. 27, „Leckdetektoren“).

6 Industrielle Dichtheitsprüfung von Bauteilen in der Serienfertigung

6.1 Allgemeines

Unter industrieller Dichtheitsprüfung versteht man alle Verfahren, die Serienkomponenten in hoher Stückzahl halb- oder vollautomatisch prüfen. Hierbei werden fast immer integrale Prüfkammerverfahren mit Helium als Prüfgas eingesetzt. Der Prüfling wird, abhängig von seinem späteren Einsatz, mit Helium unter Überdruck gefüllt oder evakuiert und von außen mit Helium beaufschlagt. Bei wertvollen Komponenten werden in einem Nacharbeitsschritt die Lecks durch Schnüffeln oder Heliumsprühen lokalisiert und repariert.

6.2 Industrielle Prüfung von Serienbauteilen

Unter industriellen Serienkomponenten werden Teile verstanden, die in großer Stückzahl mit hohen Anforderungen an die Dichtheit hergestellt werden. Es handelt sich um sehr unterschiedliche Teile vom einfachen Auspuffkrümmer-Rohr über alle Arten von Ventilen bis zum Airbag-Sensor. Dabei werden die Forderungen nach kürzesten Prüfzeiten immer stärker, wobei gleichzeitig die Voraussetzungen, die die Objekte für eine Heliumprüfung mitbringen, immer schwieriger werden (Sauberkeit, Temperatur, Adaptierbarkeit, Abdichtung . . .).

6.2.1 Hüllenverfahren für Vakuumkomponenten (Methode A1 in DIN EN 1779)

Bei der Prüfung von Vakuumkomponenten werden diese selbst mit dem massenspektrometrischen Nachweissystem verbunden und evakuiert und die Prüfkammer als Hülle mit Prüfgas gefüllt. Der Prüfablauf ist sonst der gleiche wie bei Überdruckkomponenten, nur dass die Anschlüsse am Prüfling Vakuumanschlüsse und die an der Kammer Druckanschlüsse sind. Eine genauere Beschreibung der Abläufe findet sich im nächsten Abschnitt über die Prüfung von Überdruckkomponenten.

6.2.2 Vakuumkammerverfahren für Überdruckbauteile (Methode B6 in DIN EN 1779)

Bauteile, die im späteren Betrieb Überdruck ausgesetzt sind, werden auch zur Prüfung mit Heliumüberdruck gefüllt. Je nach Dichtheitsanforderung und Prüfzeit wird aus Kostengründen meist ein Prüfgasmisch verwendet, das nur einen gewissen Anteil Helium in Stickstoff enthält. Das Verfahren verläuft vollautomatisch mit folgenden Schritten:

1. Prüfling auf Prüftisch befördern, justieren und an Prüfgasversorgung ankoppeln
2. Haube über dem Prüfling absenken zur Bildung einer Kammer um den Prüfling
3. Kammer und Prüfling evakuieren
4. Prüfgas (gegebenenfalls Gemisch) in Prüfling einlassen
5. Verbindung zum massenspektrometrischen Nachweissystem herstellen, Ausgleichszeit abwarten und Heliumstrom = Leckagerate aus Prüfling in die Vakuumkammer messen
6. akustische oder optische „Gut/Schlecht“-Anzeige, abhängig von eingestellter Grenzleckagerate
7. Abpumpen des Prüfgases aus dem Prüfling (gegebenenfalls Heliumrückgewinnung) und Belüften der Kammer
8. Anheben der Haube und Entnahme des Prüflings

Als Beispiel für eine solche vollautomatische Dichtheitsprüfstation zeigt Abb. 16 ein Foto einer Radprüfstation, in der Leichtmetallräder für Automobile auf Dichtheit geprüft werden. Solche Anlagen gibt es schon seit 20 bis 30 Jahren, wobei sich beim Arbeitsprinzip nur wenig geändert hat. Ein entscheidender Fortschritt wurde durch die Einführung des Gegenstromprinzips erzielt, da die Kühlzelle mit flüssigem Stickstoff bzw. einem Kälteaggregat entfallen konnte.

Darüber hinaus wurde insbesondere die Lebensdauer der Anlagenventile um eine ganze Größenordnung (von ca. 300.000 auf 3.000.000 Zyklen) verbessert und das Handling-System erheblich schneller. All diese Fortschritte führen heute zu Taktzeiten von wenigen Sekunden bei ständig verbesserten Nachweisgrenzen.

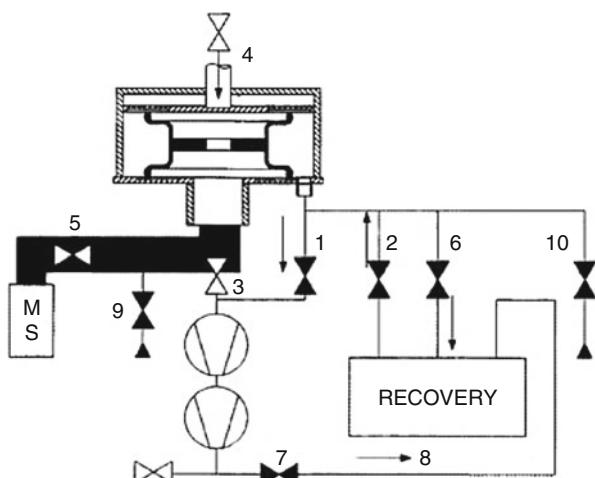
Das Vakuumschema dieser Anlage zeigt Abb. 17. Man erkennt, dass die Heliumrückgewinnung ein integraler Bestandteil der Gesamtanlage ist. Das Messprinzip des massenspektrometrischen Leckdetektors ist nicht im Einzelnen dargestellt, sondern lediglich durch die Abkürzung „MS“ symbolisiert.



Abb. 16 Vollautomatische Prüfanlage für Aluminiumräder (Von der Heyde GmbH, Stade). Neben der eigentlichen Messung führt die Anlage auch die Aktionen: „Beladen – Entladen“, „Sortieren“, „Kennzeichnen“ durch. Die wesentlichen technischen Daten sind: Prüflinge: Aluminiumräder; Leckagerate: 10^{-4} mbar L/s (10^{-2} Pa L/s) mit automatischem Kalibriersystem; Prüfdruck: bis 4 bar, regelbar; Prüfgas: Helium-Luftgemisch mit Prüfgasrückgewinnung; Produktionstakt: 200 Teile/h (400 Teile/h in Doppelanlage); Radgrößen: 13–20" (Durchmesser); 3–12" (Höhe), Prüfung verschiedener Typen im Mix

Abb. 17 Vakuumschema der Räderprüfanlage von Abb. 16. Die Zahlen bezeichnen im Einzelnen:

- 1 Evakuierventil – Prüfgasraum,
- 2 Prüfgasfüllventil,
- 3 Evakuierventil – Messraum,
- 4 Abdichtsystem,
- 5 Messventil,
- 6 Prüfgasablassventil,
- 7 Prüfgasführungsventil,
- 8 Prüfgasrückgewinnung,
- 9 Belüftungsventil – Messraum,
- 10 Belüftungsventil – Prüfgasraum



Tab. 3 Gegenüberstellung von wichtigen technischen Eigenschaften der industriellen Räder-Dichtheitsprüf-anlage zwischen 1982 und 2002

Eigenschaft	1982	2002
Verfahren	Hauptstrom mit Kühlafalle Kältemaschine	Gegenstrom mit Turbopumpe
Ventillebensdauer	einige 100.000 Zyklen	einige Millionen Zyklen
Taktzeit	ca. 30 s	ca. 18 s
Radabdichtung	ungeregelter Anpressdruck, Standardelastomerprofile	radgrößenabhängig geregelter Anpressdruck, Speialelastomerprofile
Steuersystem	speicherprogrammierbare Steuerung (SPS) ohne Grafik	Bedienerführung mit Visualisierung der Abläufe
Prüfgasrückgewinnung	auf Wunsch separat lieferbar	integriert in Anlage

Die technischen Daten der Radprüfanlage sind im Vergleich zwischen 1982 und 2002 in Tab. 3 gegenübergestellt. Man erkennt, dass eine wesentliche Verbesserung durch die Einführung des Gegenstromverfahrens erzielt wurde. Damit konnte der aufwendige Betrieb einer Kühlafalle mit Kälteaggregat vermieden werden.

Die übrigen Verbesserungen betreffen die ingenieurmäßige Ausführung der mechanischen und steuerungstechnischen Komponenten. Alle Verbesserungen haben das Ziel, den Kunden weltweit in die Lage zu versetzen, diese Anlagen im 3-Schichtbetrieb mit kürzest möglichen Stillstandzeiten in Betrieb zu halten.

6.3 Prüfung von hermetisch verschlossenen Komponenten durch Drucklagerung („Bombing“, Methode B5 in DIN EN 1779)

Hermetisch verschlossene Komponenten, wie z. B. Halbleiterbauelemente oder optoelektronische Bauelemente können nicht einfach mit dem Prüfkammerverfahren geprüft werden, da sie keinen Anschlussflansch für Prüfgas oder Leckdetektor besitzen. Deshalb geht man zur Prüfung solcher Bauteile in zwei Schritten vor:

1. Lagerung der Teile unter Heliumüberdruck (ca. 8 bar) für einige Stunden (Drucklagerung oder Bombing, hierbei kann Helium durch eventuelle Lecks in den inneren Hohlraum eindringen)
2. Einlegen in eine Vakuumkammer und Prüfung der Teile auf austretendes Helium mit dem Massenspektrometer (wie Methode B6, DIN EN 1779)

Bei den Drucklagerungsparametern Zeit t und Druck p für ein Prüfobjekt mit innerem Volumen V gilt für die Rückweisgrenze q_R , d. h. die maximal erlaubte Leckageratenanzeige mit der zulässigen Leckagerate des Prüfobjektes q_L , ist (nach DIN EN ISO 20485):

$$q_R = q_L \cdot \frac{p}{p_0} \cdot \left(1 - e^{-q_L \cdot \frac{t}{p_0 \cdot V}}\right) \cdot e^{-q_L \cdot \frac{T}{p_0 \cdot V}} \quad (33)$$

dabei ist p_0 der herrschende Atmosphärendruck. Die Zeit T bezeichnet die Wartezeit zwischen Drucklagerung und Prüfung. Diese Zeit ist notwendig, um eventuell adsorbiertes Helium an den Außenwänden des Prüflings (insbesondere bei Glas- oder Kunststoffwänden) desorbieren zu lassen, da es sonst ein Leck vortäuschen könnte [8].

Die Drucklagerungsmethode liefert für sehr große Lecks ähnlich kleine Signale wie für Feinlecks, da das Helium nach der Drucklagerung sehr schnell wieder aus dem Prüfling entweicht. Es ist daher notwendig, eine Grobleckprüfung vorzuschalten, um grob undichte Teile auszusortieren. Meist wird eine solche Prüfung mit dem Blasenverfahren (nach DIN EN 1593) durchgeführt, wobei die Bauelemente nach der Drucklagerung in Flüssigkeiten mit niedriger Oberflächenspannung gelegt werden (Wasser mit Tensiden, Lösungsmittel oder Öle). Wenn die Flüssigkeiten heiß sind, wird die Bildung von Blasen durch den temperaturabhängigen Anstieg des inneren Drucks verstärkt und die Nachweisempfindlichkeit erhöht. Einzelheiten zu den verschiedenen Tests können dem MIL Standard 883 „Test Method Standard Microcircuits“, Method 1014.13 entnommen werden.

6.4 Prüfung von Lebensmittelverpackungen in der Folienprüfammer

Eine besondere Prüfaufgabe stellen Lebensmittelverpackungen aus flexiblen Folien dar. Diese meist mit Schutzgas gefüllten Verpackungen können zwar ganz oder teilweise mit Helium gefüllt werden, sind aber nicht ohne weiteres in einer Vakuumkammer auf Dichtheit zu prüfen, da die Verpackungsfolie keine nennenswerte Druckdifferenz aushält. Zu diesem Zweck wurde ein Prüfverfahren entwickelt, bei dem die Prüfkammer selbst aus zwei flexiblen Folien besteht und beim Evakuieren die Folienverpackung sicher und gleichmäßig abstützt. Ein eingelegtes Vlies stellt die freie Strömung des austretenden Heliums zum Nachweissystem sicher. Das Verfahren ist inzwischen in der DIN 55533:2005-5 „Verpackungsprüfung, Integrales Dichtheitsprüfverfahren für Folienverpackungen mit einer flexiblen Prüfkammer und Prüfgas“ in Deutschland genormt worden.

Durch die große Empfindlichkeit des Heliumprüfverfahrens können Lecks bis herab zu $1 \cdot 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ ($1 \cdot 10^{-7} \text{ mbar} \cdot \text{L/s}$) gefunden werden. Dies ermöglicht (durch Entnahme von Packungen aus der laufenden Produktion und „offline“ Prüfung) eine Überwachung der Verpackungsmaschine (z. B. des Siegelprozesses). Damit können die Einstellungen korrigiert werden, bevor Ausschuss anfällt. Eine erhebliche Zeit- und Kostensparnis entsteht durch Wegfall von tagelangen Lagerungszeiten, die zur Überprüfung der Dichtheit der gefertigten Verpackungen durch Druckanstiegsüberprüfung üblich waren. Eine kommerzielle Folienkammer zur Prüfung von Lebensmittelverpackungen mit Helium als Prüfgas zeigt Abb. 18. Man erkennt die in zwei kreisförmigen Rahmen eingespannten Folien, zwischen welche die Verpackungen gelegt werden. Ein automatischer Prüfzyklus mit abschließender „Gut/Schlecht“-Anzeige startet beim Schließen der Kammer.

Um auch Verpackungen, die kein Helium enthalten, prüfen zu können, lässt sich die Folienkammer auch für ein Druckanstiegsverfahren im Vakuum einsetzen und es

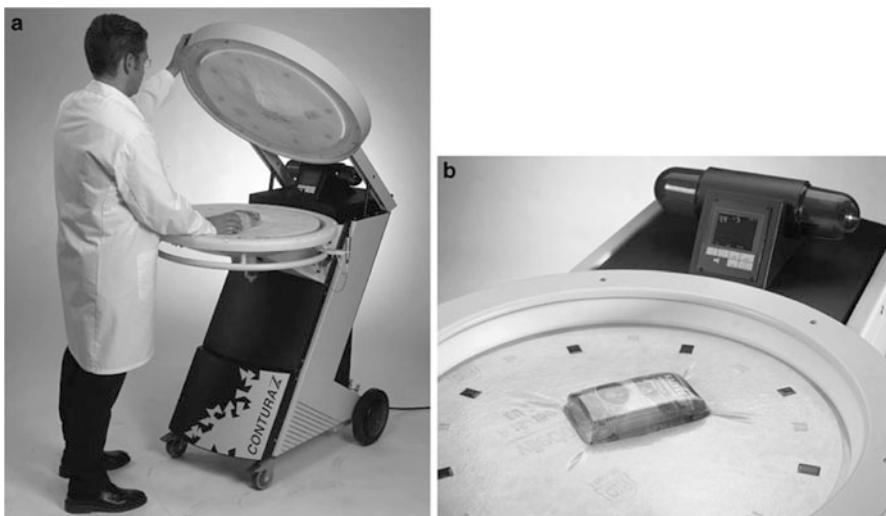


Abb. 18 Heliumleckdetektor mit Folienprüfкамmer zur Prüfung von Folienverpackungen auf Dichtheit (CONTURA Z, INFICON GmbH, Köln): *links:* Gesamtansicht mit geöffneter Folienprüfкамmer, *rechts:* Blick auf die evakuierte Prüfkammer, in der sich eine Kaffeepackung befindet. Man erkennt, wie die dicht anliegende Folie die Packung vollständig abstützt

ist eine „In-Line“-Prüfung im Fertigungsverlauf der Lebensmittelverpackung möglich. Die Nachweisgrenzen eines solchen Gerätes sind mit der Gasblasenprüfung im Wasserbad vergleichbar. Siehe dazu auch ► [Abschn. 2.2 im Kap. 27, „Leckdetektoren“](#).

Literatur

1. Nylander, C., Lohm, U.: Dichtheitsprüfung mit Wasserstoff. *QZ* **40**, 962 (1995)
2. Moore, P.O. (Hrsg.), Jackson Jr. C.N., Sherlock, C.N. (Technical Editors): Nondestructive Testing Handbook, Bd. 1, Leak Testing. American Society for Nondestructive Testing, 3. Aufl. ISBN 1-57117-071-5 (1998)
3. Ehrlich, C.D.: A note on flow rate and leak rate units. *J. Vac. Sci. Technol.* **A4**(5), 2384 (1986)
4. Nerken, A.: Versuche über die Strömung von Gasen durch Lecke. *Vak. Techn.* **7**, 111 (1958)
5. Beckmann, W., Seider, M.H.: Gasdurchlässigkeit von gummielastischen Werkstoffen für Stickstoff. *Kolloid Zeitschr.* **220**, 97 (1967)
6. Große Bley, W.: Was eine Gasdichtheitsprüfung über Flüssigkeitslecks aussagt. *DICHT!*, 28–31 (2011)
7. ISO 9712: 2012 Zerstörungsfreie Prüfung – Qualifizierung und Zertifizierung von Personal der zerstörungsfreien Prüfung
8. Howl, D.A., Mann, C.A.: The back-pressurising technique of leak testing. *Vacuum* **15**, 347 (1965)

Weiterführende Literatur

- Calcatelli, A., Bergoglio, M., Mari, D.: Leak detection, calibrations and reference flows: Practical example. *Vacuum* **81**, 1538–1544 (2007)

Produktmatrix

Lieferanten	BESTEC GmbH	CREAVAC	Körting Hannover AG	Leybold GmbH	Pink GmbH Vakuumtechnik	VACUUMBRAND GmbH & Co. KG	VAT Deutschland GmbH
Produkte							
Beschichtungsanlagen	x	x		x	x		
Kryopumpen				x			
Lecksuchgeräte				x	x		
Manipulatoren					x		
Treibmittelpumpen			x	x			
Trockene Pumpen				x			
Turbomolekularpumpen				x		x	
Vakuumanlagen	x	x	x	x	x		
Vakuumkammern					x		
Vakuumkomponenten					x		
Vakuummessgeräte				x			
Vakuumventile				x	x		x
Vakuum/Wärme-Prozesssysteme					x		
Verdrängerpumpen				x		x	

Bezugsquellenverzeichnis

Beschichtungsanlagen

BESTEC GmbH
Am Studio 2b
12489 Berlin-Adlersdorf
Tel. +49 (0)30/6774376
Tel. +49 (0)30/6775718
info@bestec.de
www.bestec.de

CREAVAC
Creative Vakuumbeschichtungs GmbH
Löbtauer Straße 65-71
01159 Dresden
Tel. +49 (0)351/218380
Fax +49 (0)351/2183819
info@creavac.de
www.creavac.de

Leybold GmbH
Bonner Straße 498
50968 Köln-Bayenthal
Tel. +49 (0)221/347-0
Fax +49 (0)221/347-1250
info@leybold.com
www.leybold.com

Pink GmbH Vakuумtechnik
Gyula-Horn-Straße 20
97877 Wertheim
Frau Alexandra Dosch
Tel. +49 (0)9342/872-0
Fax +49 (0)9342/872-111
info@pink-vak.de
www.pink-vak.de

Kryopumpen

Leybold GmbH
Bonner Straße 498
50968 Köln-Bayenthal
Tel. +49 (0)221/347-0
Fax +49 (0)221/347-1250
info@leybold.com
www.leybold.com

Lecksuchgeräte

Leybold GmbH
Bonner Straße 498
50968 Köln-Bayenthal
Tel. +49 (0)221/347-0
Fax +49 (0)221/347-1250
info@leybold.com
www.leybold.com

Pink GmbH Vakuumtechnik
Gyula-Horn-Straße 20
97877 Wertheim
Frau Alexandra Dosch
Tel. +49 (0)9342/872-0
Fax +49 (0)9342/872-111
info@pink-vak.de
www.pink-vak.de

Manipulatoren

Pink GmbH Vakuumtechnik
 Gyula-Horn-Straße 20
 97877 Wertheim
 Frau Alexandra Dosch
 Tel. +49 (0)9342/872-0
 Fax +49 (0)9342/872-111
info@pink-vak.de
www.pink-vak.de

Treibmittelpumpen

Körting Hannover AG
 Badenstedter Straße 56
 30453 Hannover
 Tel. +49 (0)511/2129-0
 Fax +49 (0)511/2129-223
st@koerting.de
www.koerting.de

Leybold GmbH
 Bonner Straße 498
 50968 Köln-Bayenthal
 Tel. +49 (0)221/347-0
 Fax +49 (0)221/347-1250
info@leybold.com
www.leybold.com

Trockene Pumpen

Leybold GmbH
 Bonner Straße 498
 50968 Köln-Bayenthal
 Tel. +49 (0)221/347-0
 Fax +49 (0)221/347-1250
info@leybold.com
www.leybold.com

Turbomolekularpumpen

Leybold GmbH
 Bonner Straße 498
 50968 Köln-Bayenthal
 Tel. +49 (0)221/347-0
 Fax +49 (0)221/347-1250
info@leybold.com
www.leybold.com

VACUUBRAND GmbH & Co. KG
 Alfred-Zippe-Straße 4
 97877 Wertheim
 Tel. +49 (0)9342/808-0
 Fax +49 (0)9342/808-500
info@vacuubrand.com
www.vacuubrand.com

Vakuumanlagen

BESTEC GmbH
 Am Studio 2b
 12489 Berlin-Adlersdorf
 Tel. +49 (0)30/6774376
 Tel. +49 (0)30/6775718
info@bestec.de
www.bestec.de

CREAVAC
 Creative Vakuumbeschichtungs GmbH
 Löbtauer Straße 65-71
 01159 Dresden
 Tel. +49 (0)351/218380
 Fax +49 (0)351/2183819
info@creavac.de
www.creavac.de

Körting Hannover AG
 Badenstedter Straße 56
 30453 Hannover
 Tel. +49 (0)511/2129-0
 Fax +49 (0)511/2129-223
st@koerting.de
www.koerting.de

Leybold GmbH
Bonner Straße 498
50968 Köln-Bayenthal
Tel. +49 (0)221/347-0
Fax +49 (0)221/347-1250
info@leybold.com
www.leybold.com

Pink GmbH Vakuumtechnik
Gyula-Horn-Straße 20
97877 Wertheim
Frau Alexandra Dosch
Tel. +49 (0)9342/872-0
Fax +49 (0)9342/872-111
info@pink-vak.de
www.pink-vak.de

Vakuumkammern

Pink GmbH Vakuumtechnik
Gyula-Horn-Straße 20
97877 Wertheim
Frau Alexandra Dosch
Tel. +49 (0)9342/872-0
Fax +49 (0)9342/872-111
info@pink-vak.de
www.pink-vak.de

Vakuumkomponenten

Pink GmbH Vakuumtechnik
Gyula-Horn-Straße 20
97877 Wertheim
Frau Alexandra Dosch
Tel. +49 (0)9342/872-0
Fax +49 (0)9342/872-111
info@pink-vak.de
www.pink-vak.de

Vakuummessgeräte

Leybold GmbH
Bonner Straße 498
50968 Köln-Bayenthal
Tel. +49 (0)221/347-0
Fax +49 (0)221/347-1250
info@leybold.com
www.leybold.com

Vakuumventile

Leybold GmbH
Bonner Straße 498
50968 Köln-Bayenthal
Tel. +49 (0)221/347-0
Fax +49 (0)221/347-1250
info@leybold.com
www.leybold.com

Pink GmbH Vakuumtechnik
Gyula-Horn-Straße 20
97877 Wertheim
Frau Alexandra Dosch
Tel. +49 (0)9342/872-0
Fax +49 (0)9342/872-111
info@pink-vak.de
www.pink-vak.de

VAT Deutschland GmbH
Zur Wetterwarte 50
Haus 337/G
01109 Dresden
Tel. +49 (0)351/501 934 00
Fax +49 (0)351/501 934 01
de@vatvalve.com
www.vatvalve.com

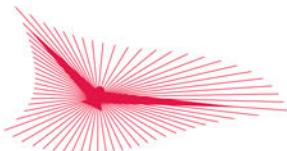
Vakuum/Wärme-Prozesssysteme

Pink GmbH Vakuumtechnik
Gyula-Horn-Straße 20
97877 Wertheim
Frau Alexandra Dosch
Tel. +49 (0)9342/872-0
Fax +49 (0)9342/872-111
info@pink-vak.de
www.pink-vak.de

Verdrängerpumpen

Leybold GmbH
Bonner Straße 498
50968 Köln-Bayenthal
Tel. +49 (0)221/347-0
Fax +49 (0)221/347-1250
info@leybold.com
www.leybold.com

VACUUBRAND GmbH & Co. KG
Alfred-Zippe-Straße 4
97877 Wertheim
Tel. +49 (0)9342/808-0
Fax +49 (0)9342/808-500
info@vacuubrand.com
www.vacuubrand.com



BESTEC



Schlüsselfertige, modulare UHV-Kompaktsysteme
für die Herstellung von Multilagen und funktionaler
Schichten · **Forschungsanlagen und Kleinserien-**
fertigung · Handbedienung bis Vollautomatisierung ·
Integration von Oberflächenanalytik

BESTEC GmbH – Innovative Vakuumtechnologie aus Berlin

Am Studio 2b, 12489 Berlin | Telefon: +49 30 677 4376 | Fax: +49 30 677 5718
E-Mail: info@bestec.de | www.bestec.de

Sachverzeichnis

A

Abkleben 1099
mit Folie 1091
Ablenkwinkel 147
Absorption 266, 283, 545, 824
Absorptionsmethoden 777
Achslänge 183
Adsorbat 265
Adsorbens 265
Adsorbentien 613
Adsorption 545
Adsorptionsenergie 265
Adsorptionsisotherme 539
Mehrschicht 280
Monoschicht 278
Adsorptionsmittel 540
Adsorptionsphasengleichgewicht 611
Adsorptionspumpe 538
Enddruck 539
Adsorptionspumpen 536, 1051
Adsorptionsstromdichte 271
Adsorptionsverhalten 577
Adsorptionswärme 265
Akkommodationsfaktor 71
Impuls 65
Akkommodationskoeffizient 205,
206, 681
Akkommodationskoeffizient
Energie 205
Aktivierungsenergie 265
Aktivkohle 613
Alkali-Ionen-Messzelle 1088
Alkali-Ionen-Sensor 797, 803
Alpert 707
Aluminium 878
Amerikanische Vakuumgesellschaft 863
Ammoniak 1088
Amontons 8, 42
AmontonsGesetz 42

Analogie
elektrische und vakuumtechnische Größe
996
Analytik 530
Anlagenlecksuche 1095
Ansprechzeit 1096
Drosselventil 1095
Empfindlichkeit 1096
Anlagensaugvermögen 1093
Anlagensteuerung 988
Anlaufströmung 151
Anlaufzeit 1092
Ansaugbereich
Vakuumpumpe 298
Ansprechzeit 788, 794, 797
Arbeitsdruck 1000
Arbeitsmethoden mit Vakuumsystemen 985
Arbeitstechnik
Feinvakuum 1019
Großvakuum, Feinvakuum 1007
Ultrahochvakuum 1049
Arrhenius-Plot 94
ASCII-Protokolle 989
ATEX 95, 137, 326, 408
Atmosphäre 34
Atom 40
Atommasse
relative 41
Atommassen-Konstante 41
Auflösungsvermögen 746
Ausflussfunktion 129
Ausgasraten 930
Ausgasung 267, 283
Ausgasungsgrad 288
Ausgasungszeit 288
Ausgasverhalten 929
Ausgleichszeit 1091
Ausheizen 273, 521, 1058
Auslegung von Vakuumbehältern 947, 950, 953

Auspuff-Filter 413
 Auspumpkurve 274
 Auspumpzeit 524, 1013, 1021, 1046, 1055
 Ausschleusungbarometrische 458
 Ausstoßdruck 512
 Automobilindustrie 24
 Avogadro-Konstante 40, 41
 Axial-Ionenquellen 751
 Axiallager 518

B

Bad-Kryopumpen 629
 Bad-Kryostat 604
 Baffle 621
 BaffleChevron 649
 BaffleLouvre 621
 Barium-Verdampfungsgetter 565
 Basisdruck 523, 524, 529
 Bayard 707
 Becker 14
 Bedeckungsgrad 268
 Belüften 1018, 1056
 Bernoulli-Gleichung 446, 448
 Bernoullische Gleichung 126
 BET-Isotherme 280
 BGK-Modellgleichung 203
 Bindung kovalente 265
 Binnendruck 82
 Blasenprüfung 1085
 Blende 134
 Fluss durch 255
 Boltzmanngleichung
 linearisiert 200
 kinetische 199
 Bombing 1104
 Boosterpumpe 792
 Boyle 8
 Boyle-Mariottesches Gesetz 42, 819
 Brunauer-Emmett-Teller-(BET-)Isotherme 280
 Bussystem 986, 990

C

Celsius 38
 CEN 872
 Chemie-Membranpumpe 325
 Chemiepumpen 459
 chemische Bindung 266
 chemische Prozesse 460
 Chemisorption 265, 545
 Chevronbaffle 468
 Clausing 174

Claudius-Clapeyron-Gleichung 94
 Compound-Turbomolekularpumpen 792
 Compoundpumpe 526
 Compoundpumpen 513, 515, 522, 524, 525
 Computer-Simulation 179
 Cosinus-Verteilung 172
 Couette-Strömung
 ebene 215
 zylindrische 219
 Crossbeam-Ionenquellen 753

D

Daltonsches Gesetz 44, 335
 Dampfdruck 420, 610
 Dampfdruckkurve 420
 Dampfdruckkurven 421
 Dampfgesättigter 420
 Dampfstrahl-Vakuumpumpe 439
 Dampfstrahl-Vakuumpumpen 449
 Treibdampfbedarf 454
 Dampfstrahlpumpen
 Saugvermögen 479
 Dampfüberhitzer 420
 degas 718
 Desorption 266, 267, 899
 elektronenstimulierte 718, 733
 Desorptionsenergie 270
 Desorptionskurve 1083
 Desorption von Wasserdampf 1083
 Destillation 458
 DeviceNet 990
 Dewar 604
 Dichte 40
 Packung 268
 Dichtheit
 absolute 1080
 integrale 1083
 Dichtheitsprüf'anlage 1102
 Dichtheitsprüfung
 Ablauf 1081
 Begriffe 1081
 industrielle 1101
 Dichtspalte 378
 Dichtungen 924, 925
 berührende 924
 C-Ring 937
 dynamisch 925
 Elastomer 911, 925, 929, 933
 Flach 924, 934, 936, 937
 Helicoflex 937
 Hohlring 936, 937
 I-Ring 932

- Kanten 937
Kupfer 934
Lippen 924
Lippenring 932
Metall 934
O-Ring 924, 931, 937
Profil 936
rund 937
Schneidkanten 924
Schneidring 924
Spalt 924
statisch 924
VATSEAL 936
Ventilteller 925
Differenzdruckmessung 671
Diffusion 77, 283, 899, 1092
Diffusions-Ejektorpumpen 473
Diffusionsbonden 913
Diffusionskoeffizient 78
Diffusionskoeffizienten
 Kunststoffe 902
Diffusionspumpen 446
 Betriebshinweise 471
 Diffusionskoeffizient 463
 Kompressionsverhältnis 481
 Pumpwahrscheinlichkeit 474
 Saugvermögen 476, 478
 Treibmittel 465
 Vorvakumbeständigkeit 472
 Vorvakuumfestigkeit 481
Diffusionspumpenfraktionierende 469
DiffusionspumpenKompressionsverhältnis 463
Diffusionspumpenöl 401
DiffusionspumpenSaugvermögen 472
DIN 872
DIN/ISO 9000 796
Diodenpumpe 580
Diodenpumpen differentielle 584
Dipolkräfte 265
Direct-Simulation-Monte-Carlo-Methoden 508
Dissoziation 266, 718
Doppeldom 863
Doppelfokussierung 787
Dosierventil 1004
Drehkolbenmanometer 817
DrehkolbenmanometerFläche, effektive 818
Drehschieberpumpen 345
 Betriebsverhalten 352
 ölgeschmierte 349
 trockenlaufende 349
 Wirkungsweise 346
Drehstromasynchronmotor 384
Drehstrommotor 320
Drehzahlregelung 383
Drehzahnpumpen
 Drehzahlregelung 383
 Profil, exaktes 381
DrehzahnpumpenVerdichtungsprinzip 379
Druck
 absoluter 34
 kritischer 133
 Umrechnungstabelle 36
Druckabfallmessung 1082
Druckanstiegsmessung 1083
Druckdifferenz 658
Druckeinheiten 35
Drucklagerung 1104
Drucklagerungsmethode 1105
Druckmessumformer 686
Drucknormale 809
Druckprüfung 1081
Druckregelung 1004
Druckregler 674
Druckschalter 674
Druckverhältnis 162
Druckwaage 817, 819
DSMC-Methode 209
Durchführungen
 elektrisch 947, 965, 968, 970
 Aluminiumoxidkeramik 966, 967
 Glas/Glaskeramik 967, 968
 Glas/Glaskeramik-Isolation 968
 Kunststoff-Verguss 968
 mechanisch 947, 956, 958
 dynamisch 957
 flexible Elemente 957
 magnetische Kraftkopplung 957
 Magnetofluid-gedichtet 957
 O-Ring-gedichtet 957
 optisch 947, 972
Durchgangswahrscheinlichkeit
 502, 506
Durchlaufwahrscheinlichkeit 171
Durchmesser
 hydraulischer 165
Düse 135
Düsenhutdampfsperre 469
Dynoden 770, 771
- E**
Edelgasinstabilität 583
Edelgasstabilisierung 584
Edelstahl 876
Edison 19
Effusion (Ausströmung) 53

- Eigendruck 82
 Eigenleitwert 175
 Messung 120
 Eigenvolumen 82
 Einbauleitwert 175
 Messung 122
 Einfachdom 871
 Einheitensystem
 internationales 34
 Einhüllen 1091
 Einlassdruck
 Heliumleckdetektor 786
 Einlaufströmung 113
 Einströmung 134
 Eintrittsleitwert 503
 Eisenbahnen 10
 EisenbahnenVakuum- 10
 Eiskondensatoren 429
 Elastomere 888, 1012
 Elastomerwerkstoffe 925, 928, 929
 elektrische Leitung
 Analogie 997
 Elektronen
 Stöße 708
 Elektroneneinfangdetektor 1088
 Elektronenstimulierte Desorption 756
 Elektronenstrahlverdampfer 571
 Emissionsgrad 618
 Empfindlichkeitsdrift
 Leckdetektor 802
 Enddruck 319, 488, 521, 523, 999, 1021
 Endvakuum 319
 Energie-Akkommodationsfaktor 71
 Entgasung 267
 Epoxidharz 889
 Erhaltungssätze 125
 ESD (Elektronenstimulierte Desorption) 718
 Evakuierung 270
 Evakuierungsgeschwindigkeit 525
 Expansions- bzw. Volumenverhältnisse 824
 Expansionsverfahrenkontinuierliches 809
 Expansionsverfahrenstatisches 809
 Expansionsverhältnis 821
 Expansionssystem 822
 Explosionsmotor 8
 Explosionsschutz 408
 Extraktionselektroden 720
 Extraktor-Ionisationsvakuummeter 719
- Feldbussystem 520
 Fernbedienung 520
 Feststoffkondensation 436
 Fettschmierung 516, 530
 Feuchte
 relative 105
 Fick'sche Gesetze 78, 283
 Fischer-Mommsen 863
 Flächenstoßrate 52, 198
 Flammionisationsdetektor 1088
 Flanschsystem
 CF 935
 COF 937, 938
 Flanschverbindung
 CF 934
 Flanschverbindungen
 CF 935
 Flüssigkeitsaustritt 1078
 flüssigkeitsdicht 1083
 Flüssigkeitsmanometer 811
 Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen 333
 Flüssigkeitsring-VakuumpumpenBauarten
 339
 Flüssigkeitsring-
 VakuumpumpenBetriebsflüssigkeit
 335, 342
 Flüssigkeitsring-
 VakuumpumpenSaugvermögen 337
 Flüssigkeitsstrahlpumpen 447
 Anwendungen 448
 Enddruck 448
 Flussmessgeräte, Gas 700
 Flussteiler 833
 Fluten 529
 Flutventil 513
 Folienprüfammer 1106
 Formiergas 1071
 Freiheitsgrad 69
 Frequenzumrichter 320
 Frequenzwandler
 elektronische 520
 mechanische 520
 Freundlich-Adsorptionsisotherme 279
 Frischölschmierung 351
 Fügen 910, 916
 stoffschlüssig 915
 Füllgas 1098
- G**
 Gaede 13, 461, 492
 Gaede-Pumpe
 Kompressionsverhältnis 495
- F
 Fanglager 518
 Feldbus 990

- Gaede-Pumpen
 Saugvermögen 494
- Gaedepumpstufe 492
- Gaedesche
 Formel 505
 Molekularpumpe 490, 493
- Galilei 2
- Gasabgabe 890, 897, 903, 906, 1077
- gasartabhängiges Vakuummeter 1086
- Gasartabhängigkeit 321
- Gasballast 306, 320, 350
- GasballastErfindung 13
- Gasblase 1079
- Gasblasen 1085
- Gasdosiersystem 827
- Gasdurchfluss
 Einheiten 115
- Gasdurchlässigkeit 891
 Gläser, Keramik 894
- Gasdurchsatz 523
- Gasdurchsätze 530
- Gasdynamik 125
- Gasentladung 726
- Gasentladungen 11
- Gasflussmessgeräte 700
- Gasgesetz 42
- Gaslast 528
- Gaspermeation 929, 930
- Gasreibung 508
- Gasreibungsvakummeter
 Kalibrierung 848
- GasreibungsvakummeterLangzeitinstabilität
 850
- Gasreibungsvakummeter 658, 675, 825, 847
- GasreibungsvakummeterRestabbremsung
 677, 683
- GasreibungsvakummeterRotorerwärmung 681
- Gasstrom 233
- Gasverdünnungsparameter 196
- Gasvorrat 800
- Gay-LussacGesetz 42
- Gefriertrocknung 330
- Gegendruck 145
- Gegenstromleckdetektor
 Empfindlichkeit 792
 Nachweisgrenze 793
 Nachweissystem 791
 Vorteile 792
 Vorvakumpumpe 792
- GegenstromleckdetektorAnsprechzeit 792
- Gegenstromleckdetektoren
 Schnüffeln mit 795
- GEM 991
- Geschwindigkeit
 effektive 50
 kritische 134
 mittlere 50, 198
 wahrscheinlichste 50
- Geschwindigkeitsprofil 212, 216, 220
- Kanal 235
- Rohr 235
- Schlupfströmung 236
- Geschwindigkeitsschlupf 211
 thermisch 214
- Geschwindigkeitsverhältnis 503, 504
- Geschwindigkeitsverteilung 50, 197
- Geschwindigkeitsverteilungsfunktion 198
- Getter
 Wirkungsweise 544
- Getterkapazität 567
 spezifische 567
- Getterpumpen 536
- Gitternetz 209
- Gläser 881
 Hartgläser 884
 Quarzglas 885
 Sinterglas 885
 Weichgläser 883
- Gleichgewicht
 globales 198
 lokales 199
- Gleichstrommotor 320
- Gleichstrommotoren 520
- Glühlampenproduktion 19
- Gold 879
- Gravitationswellendetektoren 25, 270
- Grenzleckagerate 1080, 1101
- Grobleckprüfung 1105
- Groblecks 1086
- Grobvakumanlage 1009
- Großanlagen
 UHV 1060
- Guericke 4
- H**
- Haftwahrscheinlichkeit 271, 564
- Hagen-Poiseuille-Formel 152
- Halbkugeln 6
- Halbleiterindustrie 302, 988, 990, 991.
 Siehe auch Mikroelektronikindustrie
- Halogenleckdetektor
 mit Alkali-Ionen-Sensor 803
 mit Infrarotsensor 804
- Halogenlecksucher 1088
- Harte-Kugel-Modell 47, 67, 82

- Hartgläser 884
 Hartlote 916, 918
 Hauptrotor 381
Hauptstromleckdetektor
 Ansprechzeit 790
 Empfindlichkeit 790
 Nachweisgrenze 790
 Nachweissystem 791
 Prinzip 790
HauptstromleckdetektorVorteile 790
 Heizbänder 979
 Heizfaden 714
 Heizmanschetten 979
 Heizungen 880
 Heizzelle/Heizboxen 979
 Helium 1071
 Diffusionskoeffizient 1068
 Empfindlichkeit des
 He-Sektorfeldmassenspektrometers
 788
 Permeationsleck 799
 Prüfgas 785
 Prüfleck 802
 Heliumgegenstromlecksucher 521
Heliumleckdetektor
 Einlaßdruck 788
 Zeitverhalten 788
Heliumleckdetektoren 785, 1088
 Ansprechzeit 1089
 Einlassdruck, maximal zulässiger 1089
 Heliumsaugvermögen 1089
 Justierung von 801
 Leckageratennachweisgrenze 1089
 Spezifikationen 1089
 Zeitkonstante 1089
HeliumPrüfgas 1067
 Heliumsaugvermögen 789, 790
Heliumsektorfeldmassenspektrometer 786
 Helmer 720
 Henrysche Adsorptionsisotherme 279
 Hilfspumpe 790
 Ho-Faktor 474, 503, 505
 Hobsons Modell 274
 Hochtemperaturloste 916
 Hochvakuumpumpstand 1034
Holweckpumpe 257
 Saugvermögen 258
Holweckpumpen 496
Holweckrotoren 513
Holweckstufe 794
Holweckstufen 513
Horror Vacui 2
HSMS 991
Hubkolbenpumpen 315
Huckepack-Prinzip 352
Hugoniot-Gleichung 140
Hüllenverfahren 1102
Hybrid-Pumpen 473
- I**
- Impuls**
 Erhaltung des 126
Impuls-Akkommodationsfaktor 65
Impulsakkomodationsfaktor 847
Impulsfluss 197
Indium 880
Induktionszeit 1077
Inertgas-Dampf-Gemisch 427
Infrarot-Sensor 804
Infrarotabsorption 797
Interbus 990
Inversionskurve 598, 599
Inversionstemperatur 598
Ionendetektoren 744
Ionengetterpumpen 575
Ionenimplantation 576
Ionenquellen 744, 749
Ionenquellenaxiale 751
IonenquellenCrossbeam- 750, 753
Ionenquellengeschlossene 752
Ionenquellenoffene 750
Ionenspektroskopie-Vakuummeter 722
Ionenstrom-Transmission 760
Ionenverlust 758
Ionenzählbetrieb 770
Ionenzerstäuberpumpe
 Erinnerungseffekt 589
Ionenzerstäuberpumpen 575, 1051
 Arbeitstechnik 589
 Aufbau 580
 Lebensdauer 580
 Saugvermögen 578
 Startdruck 590
 Wirkungsweise 576
IonenzerstäuberpumpenEdelgasinstabilität 583
IonenzerstäuberpumpenEdelgasstabilisierung
 584
Ionisationsvakuummeter 738, 840, 850
 Anzeige, Gasartabhängigkeit 734
 Kalibrierung 850
 Störeinfluße 717
Ionisationsvakuummeterelektrromagnetische
 Felder, gekreuzte 706
IonisationsvakuummeterEmissionskathode
 705

- Ionisationsvakuummeter Geschichte 706
IonisationsvakuummeterHeizfaden 714
IonisationsvakuummeterLangzeitinstabilität 852
IonisationsvakuummeterModulatormethode 718
IonisationsvakuummeterOrientierung 738
IonisationsvakuummeterTriode 706
Ionisierung
 differentialle 709
Isentropenexponent 70, 72, 128
ISO 808
ISO 872
Isolierwerkstoffe 966
Isotherme 44
ITER 646
ITS-90 38, 39
- J**
Justierung
 Heliumleckdetektoren 802
- K**
Kalibrieren 839
Kalibrierfaktor 802
Kalibriergase 824
Kalibrierkammer 830
KalibrierkammerAnordnung Flansche 831
Kalibrierkammern 841
Kalibrierkonstante 840
Kalibriersystem 830
Kalibrierung 657
 Leckdetektoren 801
 Prüflecks 800
 Unsicherheit 802
Kalibrierung Temperatur, empfohlene 832
KalibrierverfahrenDruck-Zeit-Verfahren 833
Kalibrierverfahrenoptische Verfahren 835
Kalibrierverfahren Vergleichsmeßverfahren 841
Kälte-/Klimaanlagen 1100
Kältemittel 797
 Massenspektren von Kältemitteln 798
Kältemittelleckdetektoren 796
Kältemittelverluste 1101
Kältetechnik 595
Kaltkathodenionisationsvakuummeter 706
Kanal 234
Kapazitätsvakuummeter 668, 842
 Kalibrierung 843
KapazitätsvakuummeterLangzeitinstabilität 847
- Kapillardepression 813
Kapillare 800
Kapillarlecks 800
Kathodenerstäubung 577
Kavitation 338
Kavitationsgrenze 338
Kavitationsschutz 340, 345
Kelvin 38
Keramik 885
 Glaskeramik 886
 Reinoxid-Keramik 886
 Silikat-Keramik 886
kinetische Gastheorie 47
Kleben 910, 911, 921, 922
Klimageräte 799
Knudsen 12, 179
Knudsen-Strömung 111
Knudsenformel 242
Knudsengleichung 243
Knudsenminimum 238
Knudsennäherung 241
Knudsenzahl 64, 111, 196
Kohlefaserhülsen 513
Kohlendioxid 1072
Kolbenpumpen 314
Komponenten 1089
Kompression
 adiabatische 304
 isotherme 303
 polytrop 304
Kompressionsentropie 304
Kompressionsarbeit 302
Kompressionsleistung 305
Kompressionsmanometer 814
Kompressionsverhältnis 258, 389, 488, 497, 503, 523, 524
KompressionsverhältnisDiffusionspumpen 463
Kompressionsverhältnisse 506, 512
Kondensate 624
Kondensation 269, 308, 521
Kondensationsfläche 429
Kondensationsstromdichte 637
Kondensationstemperatur 420, 428
Kondensationswahrscheinlichkeit 97
Kondensationswärme 419
Kondensatoren Regelung 440
Konstruieren und Fügen
 vakuumgerecht 947
Konstruktion
 vakuumgerecht 947
Kontinuums-Strömung 111
Konzentrationsanstieg 1099
Korngrenzen 290

- Korrosivgaspumpen 521
 Kriechbarriere 469
 Kriechkoeffizient 235
 Kritische Größen 133
 kritischer Punkt 94, 131
 Krönig 47
 Kryopumpen 606
 KryopumpenAnwendungen 645
 Kryopumpen Cross-over-Wert 641
 Kryopumpen Enddruck 637
 Kryopumpen Kapazität 641
 Kryopumpen Regeneration 642
 KryopumpenSaugvermögen 625
 Kryopumpen Standzeit 639
 Kryopumpen Startdruck 636
 Kryosorption 611
 Kryostat 604
 Kryotechnik 595
 Kryotrapping 616
 Kugellager 516, 530
 Kühlfaile 789, 790, 1104
 Kühlkörper 880
 Kühlmittel 420, 429, 890
 Kühlwasser 429
 Kunststoffe 888
 Duroplaste 889
 Elastomere 888
 Thermoplaste 889
 Kunststoffschnitzel
 Abpumpen 1025
 Kupfer 879
- L**
 Lafferty-Ionisationsvakuummeter 723
 Lambert-Beer'sche Gesetz 777
 Lamellenpumpen 349
 laminar 151
 Langmuir
 Haftwahrscheinlichkeit von 271
 LangmuirAdsorptionsisotherme 278
 Langzeitinstabilität 847, 850
 Langzeitstabilität 841
 Lavaldüse 141
 Lebensmittelverpackung 23
 Lebensmittelverpackungen 1106
 Lechsuchmethoden
 Drucklagerung 1104
 Leckagerate
 Einheiten 1072
 Konzentrationskorrektur 1090
 Massestrom 1073
 standardisierte 1090
 Umrechnung 1090
 Umrechnungsfaktoren 1073
 LeckagerateDruckkorrektur 1090
 Leck Arten 1073
 Leckdetektoren 783
 trockene 793
 Lecklokalisierung 1091
 Leck Porenlecks 1074
 Leckprüfung
 Serienbauteile 1102
 Lecks 944
 atmosphärisch 944
 Flüssigkeits- 1077
 flüssigkeitsdichte 1079
 Flüssigkeitsaustritt 1078
 Massenspektrum 1087
 Oberflächenspannung bei Flüssigkeiten
 1078
 Permeationslecks 1076
 virtuell 944
 virtuelle 1077
 Leckstellen
 Lokalisierung von 1091
 Lecksucher 330, 783
 Lecksuchmethoden
 Hüllenverfahren 1102
 Serienprüfung 1085
 Lecksuchverfahren 1080
 Anforderungen an den Prüfingenieur 1080
 Leistungspezifische 382
 Leitungsströmung 148
 Leitwert 152, 166, 831, 958, 960, 961, 964,
 965, 997
 Blende 259
 charakteristischer 120
 charakteristischer, Messung 120
 Kreisrohr 180
 Kreisrohr, gesamter Strömungsbereich
 262
 Messung 120
 reduzierter 120, 175
 reduzierter, Messung 122
 Strömung, molekulare 175
 Leitwertecks 800
 Lennard-Jones-Potential 90
 Lineare Zerstäuberpumpen 586
 Lokalisierung von Lecks 1085
 Lorentz-Lorenz Gleichung 834
 Lösbare Verbindungen 926
 lösbar 924, 925
 lösbare Verbundungen
 lösbar 934
 Loschmidt-Zahl 42, 44

- Löten 910, 911, 915, 916, 921
Flamm 917
hart 917
Hochtemperatur 921
Induktions 917
Ofen 917
Tauch 917
Widerstands 917
- Luft
Dichte 45
Normdruck 35
Zusammensetzung 45
- Luftdichte 2
- Lufteinbruch
Diffusionspumpe 1040
- Luftheiliumkonzentration 795, 1099
- Luftleck 1087
- M**
- Machwinkel 145
Machzahl Ma 132
Macor 880, 886
Magdeburger Halbkugeln 6
Magnetfeldabschirmung 880
Magnetfelder 529
Magnetische Sektorfeld Massenspektrometer 763
Magnetlager
aktive 518
radiale 518
Magnetlageraktive 516
Magnetlagerung
Turbomolekularpumpen 518
- Magnetron 731
invertiertes 731
- Maße
Dichtungen 861
Flansche 861
- Masse
molare 41
- Massen-Analysator 744
Massenflussregler 1004
Massenspektrometer 744
Massenspektrometerdoppeltfokussierende 787
Massenspektrometer Steuersoftware 774
Massenspektrum Artefakte 755
Maxwell-Boltzmann-Verteilung 50
Maxwellverteilung 198
McLeod 9, 815
MCP 774
mechanische Durchführungen 956
- Membrane
Siliziumoxid 803
Membranpumpe 316
Endvakuum 322
Konstruktion 322
Membranpumpen 793
Membranvakuummeter 663
MEMS 763
Messunsicherheit
Leckdetektor 802
- Metalle 874
Metallkryostate 605
Metalllote 916
Methan 1071, 1088
Microchannel Plate Detektor 773
Mikroelektronikindustrie 23
Mischkondensatoren 433, 456, 457, 460
Modulation
Gasstrom 794
- Modulator 719
Mol 40
molares Normvolumen 43
Molekularpumpe 490, 496
Molekularpumpen nach Siegbahn 498
Molekularsieb 613
Molekularstrahlverfahren 833
Moleküle 40
Momente 198, 201
Monitoring 985
Monoschicht 268
Monozeit 565
Monte-Carlo-Methode 209
Monte-Carlo-Simulation 179
Monte-Carlo Methodetest particle 211
Monte-Carlo Simulationsrechnungen 831
Motor 320
Motorschutzschalter 406
MSLD 796
Mu-Metall® 881
- N**
- Nachweisgrenze 1080
Nachweisgrenzen 946
Nachweismethoden 944, 945
nationale Standards 1089
NEG-Material 552
NEG-Pumpen 1054
Aktivierung 546
Anwendung 558
Betriebshinweise 559
Konditionierung 549
NEG-PumpenAktivierung 558

- NEG-PumpenAufbau 555
N
 Netzwerk
 - elektrisches 996
 - Vakumsystem 996
 Neutralteilchenimplantation 577
 Newton'scher Ansatz 202
 Nichtgleichgewichtsfunktion 201
 Nichtlinearität
 - Leckdetektor 802
 Nomogramm 1018
 Normalstahl/Allgemeine Baustähle 875
 Normatmosphäre 1009
 Normdruck 35
 Normen 861
 Normtemperatur 38
 Normzustand 39
 Northey-Typ 379
 Nottingham 707
 NTC-Methode 210
 Nullpunkt drift
 - Leckdetektor 802
O
 Oberfläche
 - spezifische 536
 Oberflächenanalytik 25
 Oberflächenkondensatoren 456
 OFHC-Kupfer 879
 Okklusion 266
 Öl-Diffusionspumpen 465
 Öldampfrückströmung 528
 Öle 890
 Ölfilter 350, 353, 411
 ölfrei 316, 327
 Ölnebelabscheider 350, 353, 413
 Ölreinigung 411
 Ölreservoir 350
 Ölrückströmung 1096
 Ölschlag 349, 358
 Ölschmierung 516, 518
 Ölstand 407
 optische Faserdurchführungen (OFD) 972, 974, 975
 Orbitronpumpe 591
 Orbitronpumpen 591
 Oszillationspumpen 298
 Oszillationsverdrängerpumpen 313
 Ozalidpapier 1088

P
 Partialdruck 745
 Partialdruckempfindlichkeit 787
 Partialdruckkleinster nachweisbarer 746, 749
 Partialdruckmessgeräte 744, 852
 - Ionenquellen 749
 - Kalibrierung 852
 PartialdruckmessgeräteAuflösungsvermögen
 - 746
 PartialdruckmessgeräteBeitrag zur Nachbarmasse 746
 PartialdruckmessgeräteEmpfindlichkeit 746
 Partikel 302, 944, 945
 Pascal 3
 - Einheit 34
 Penning 14, 708
 Penning-Vakuummeter 725
 Penningentladung 576, 579
 Penningzelle 579, 729
 Permanentmagnetlager 516, 517
 Permeation 291, 891, 929, 944, 1090
 Permeationslecks 800
 Phasenvolumen 197
 Physikalisch-Technische Bundesanstalt 822, 841, 842
 Physisorption 545
 Pirani 14, 686
 Pirani-Vakuummeter 75
 Plattenbaffle 468
 Plenisten 4
 PNEUROP 872
 Poiseuille-Koeffizient 234, 238
 - Kanal 236, 237
 - Rohr 236, 242
 Poisson-Gleichung 127
 Polanyi-Wigner Gleichung 272
 Prallplatte 830
 Prandtlzahl 203
 Primärnormal 657, 809
 PrimärnormalVergleiche 809
 Produktionssteuerung 988
 Profibus 990
 Profinet 990
 Prozessdatenanalyse 993, 994
 Prozessgas 521
 Prozessgase 521
 Prozessgasstrom 1001
 ProzessparameterÜberwachung 993
 Prozesssensor 988
 Prozesssensoren 988, 990, 991, 993
 Prozessüberwachung 988
 Prozessüberwachung
 - AEC 993
 - APC 993
 - FDC 993
 - SPC 993
 ProzessüberwachungAPC 988, 994

ProzessüberwachungFDC 995
ProzessüberwachungPCA 994
Prüfgase 1071, 1100
Prüfgasverfahren 1085
Prüfkammer
 flexible 784
Prüfkammerverfahren 1090
Prüflecks 1101
 industrielle 1098
 Kalibrierung 800
 Temperaturkoeffizient 800
Prüfmittel 801, 1085
Prüfverfahren 1081
Pumpen
 trockene 29, 300
Pumpenöle, fluorierte 496
Pumpstand 325, 330
 Feinvakuum 1026
 Hochvakuum 1033, 1041
 UHV 1056
Pumpstände 532
 Großvakuum 1011
Pumpsysteme 27
Pumpwahrscheinlichkeit 503, 505
pV-Diagramm 303
pV-Durchfluss 114
pV-Stromstärke 114

Q

Quadrupol-Massenfilter 758
Quadrupol-MassenfilterStabilitätsbereich 760
Quadrupol-Massenspektrometer 745, 750,
 757, 760, 761, 776, 778, 852,
 1086
Quadrupol-MassenspektrometerTransmission
 760
Quadrupolmassenspektrometer 797
Qualitätsnorm ISO 9001 1085, 1089
Quarz-Bourdon-Vakuummeter 662
Quarzglas 885
Quarzglasmembrane 803
Quecksilber 465
Quecksilber-Diffusionspumpen 465
Quecksilberdichte 813
Quecksilbermanometer 814
Quecksilberpumpen 13
Querschnitt
 rechteckförmiger 166, 182, 183
 Ringspalt 182
 spaltförmiger 166, 182
Querschnittring
 spaltförmiger 165
Querschnittringkreisförmiger 184

R

Raumladung 577, 728
reduzierter Fluss
 Rohr 249
Reflektion 205
 diffus-spiegelnd 205
Reflektoelektroden 720
Refrigerator-Kryopumpen 603
Regeneration 642
Regenerator 598
Reibungskraft 64
Reinigungsverfahren 947
Reinraum 796
Rekombinationsmodell 289
Rekuperator 598
Restabbremsung 677, 683
Reynolds-Zahl 113
Reynoldszahl 151
Ringspalt 182
Rohr 234
Rohrbündelkondensatoren 430
Rohreibungszahl 153
Rohrströmung
 Interpolationsformel 241
Röntgen 11
Röntgeneffekt 716
 Inverser 718
Röntgengrenze 733
Roots-Pumpen 300, 384
Rotation 69
Rotationsvakuumpumpen
 trockene 302
Rotationsverdrängerpumpen 300
 einwellige 300, 333
 zweiwellige 300, 369
Rotor 513
Rotorbruch 528
Rotoren 513
Rotorschiben 488, 512
Rotortemperatur 528
Rückdiffusion 464, 468
Rückschlagventil 350, 411
Rückströmung 493, 495, 497
Rückweisegrenze 797
Ruhedruckverhältnis 141, 463

S

Saphir 887
Sättigungsdampfdruck 93, 897, 1002
 Nichtmetalle 898
Sättigungsstrom 437
Sättigungstemperatur 420
Saugleistung 116, 526

- Saugstutzenventil 411
 Saugstutzenventile 405
 Saugvermögen 115, 258, 319, 497, 503, 523,
 862
 effektives 119
 kritisches 138
 Regelung 1004
 zu installierendes 1032
 Saugvermögensbereiche 1010
 Saugvermögensmessung 864
 sccm 115
 Schalenbaffle 468
 Schallgeschwindigkeit 132
 Luft 49
 Schaufelgeschwindigkeit 502
 Schaufelwinkel 504
 Schaugläser 972, 974
 schaumbildende Lösung 1085
 Scherspannung 196, 197, 202
 Schichtmodell 73
 Schichtströmung 66
 Schieber 349
 Schieberverschleiß 353
 Schlupf
 Randbedingung 212
 Schmelztemperatur 898
 Schneidkante 934, 936, 939
 Schnellverbindungen
 Kleinflansch 932, 933
 Schnüffeleinrichtung 795
 Schnüffellecksuche
 an Kälte-/Klimaanlagen 1100
 Schnüffelgeschwindigkeit 1100
 Schnüffellecksuche, integrale 1099
 Schnüffelmethode
 Prüfgasverteilung vor einem Leck 1068
 Schöpfraum 317, 319, 346
 Schott 7
 Schraubenpumpen 369
 SchraubenpumpenSaugvermögen 374
 SchraubenpumpenZahnprofil 370
 Schwefelhexafluorid 1072, 1088
 Schweißen 910, 911, 921
 Elektronenstrahl 912
 Laserstrahl 912
 Mikroplasma 912
 Reib 912
 Rührreib 912
 Spreng 912
 WIG 912
 Wolfram-Inertgas 912
 Schweißnaht 1099
 Scroll-Pumpen 362, 795
 SECS 990, 991
 Sekundärelektronen-Vervielfacher 770
 Selbstdiffusion 79
 SEMI 990
 SensorenIntegration von 988
 Serienschaltung 186
 SEV 770
 Sicherheitsventile 412
 Sichtprüfung 1085
 Sievertsches Gesetz 550
 Silber 879
 Silikonöl 401
 Sinterglas 885
 SI. Siehe Einheitensystem
 S Modell 204
 Solarzellen 24
 Sorption 266
 Sorptionsfallen 410
 SorptionsgleichgewichtHelium 616
 SorptionsgleichgewichtWasserstoff 615
 Spalt 495
 Spaltweiten 497
 Spannkette
 VaCFix 936
 Spannungsfestigkeit 970
 Sperrgas 521, 530
 SperrschieberpumpenPumpstufen 359
 Spinning Rotor Gauge 675
 Spülgas 794
 Stahl
 Sonderlegierungen 878
 Standardlecks
 Kalibrierung 854
 StarCell®-Triodenpumpen 586
 Statisches Expansionsverfahren
 Expansionsverhältnis 824
 Statisches ExpansionsverfahrenKalibergase 824
 Statisches ExpansionsverfahrenZusatzvolumen
 823
 Statorschiben 488, 512
 Staubfilter 415
 Steuerrotor 381
 Stirling-Verfahren 599
 Stoffmenge 40
 Störgasunterdrückung 797
 Störungsfunktion 200
 Stoßintegral 200, 203
 reduziertes 91
 Stoßoperator 201
 Stoßzeit
 mittlere 57
 Strahlpumpen 449
 Strahlpumpenprodukt dampfbetriebene 460

- Strahlpumpenstufe 439
Strahlung 510, 617
Strahlungsstromstärke 619
Strahlvakuumpumpen 446
Streukern 205
 Cercignani und Lampis 206
Streuung
 diffus 205
Stromstärke 113
Strömung
 Gasartabhängigkeit 167
 gasdynamische 113
 Kreisrohr 152
 kritische 130
 kurze Leitung 155
 laminare 113, 152, 155, 166
 lange Leitung 155
 molekulare 110
 molekulare, Kreisrohr 180
 molekulare, Länge, mittlere 179
 molekulare, Rohr, kurzes 177
 molekulare, Rohr, langes 178
 stationäre 125
 turbulente 152, 155
 um eine Ecke 145
 verblockte 134
 viskose 111
Strömungsbereich
 molekularer 64
 viskoser 64
Strömungsbereichviskoser 199
Strömungsgeschwindigkeit 111, 151, 197
 kollektive 196
Strömungsleitwert 175, 997
 charakteristischer 175
Strömungswiderstand 175, 997
Sublimieren 92
Suppressor 788
Sutherland-Korrektur 57
Synchronmotor 320
- T**
Taktzeit 1103
Tantal 585
Taupunkttemperatur 420
TCP/IP 990
Teilchenanzahldichte 197
Teilchenbeschleuniger 270
Teilchendurchmesser 67
Teilchenmasse
 relative 41
Teilchenstrom 174
- Teilstrombetrieb 1093
Teilstromfaktor 1094
Temkin-Isotherme 279
Temperatur 35
Temperaturdifferenz, mittlere 422
Temperaturkoeffizient 799
Temperaturkorrektion 847
Temperaturmessung im Vakuum 976
Temperatursprung 211
Testlecks 854
Thermischer Kriechkoeffizient 242, 243
thermisches Kriechen 235
thermische Transpiration 251,
 737, 844
Thermistoren 697
thermomolekulares Druckverhältnis 251
3-Phasen-Asynchronmotoren 520
Tieftemperaturmessung 606
Titan 585, 878
Titanverdampferpumpen 570,
 572, 1052
Torricelli 3
Totpunkt 314, 315
Totraum 380
Totvolumen 315, 318, 784, 1085
Totzeit 770, 1091
Transporteigenschaften
 Gas 63
Transportkoeffizient 201
Treibmittel 445, 462, 465
Treibstrahl 445
Treibstrom 450
Triode 706
Triodenpumpe 585
Tripelpunkt 38
Trochoidenpumpen 361
Trockenläufer 316, 327
Trocknungsprozess 439
Turbinenkondensatoren 428
Turbomolekularpumpe 326
 Belüften 529
 Lagerung 516
 Saugvermögen 523
 Technik 511
 Wärmehaushalt 508
Turbomolekularpumpen 1053
 Betrieb 528
 Enddruck 524
 Kompressionsverhältnis 503,
 505, 524
 Saugvermögen 504
 Sicherheitsanforderungen 514
Turbomolekularpumpstufe 502

- Turbomolekularpumpstufen 503
 Turbopumpe 326
 turbulent 151
- U**
 U-Rohrmanometer 812
 Überdeckungsverhältnis 504
 Überdrucklecksuche 1067, 1088
 mit Heliumleckdetektor 1098
 Übergangsströmung 111
 Ultra Clean Vacuum (UCV) 946
 Ultrahochvakuumsysteme 1056
 Umfangsgeschwindigkeit 513
 unlösbare Verbindungen
 unlösbar 910
 Unterkühlung 428
- V**
 Vacuum firing 288
 Vakuisten 4
 Vakuum
 Definition 2, 34
 relatives 35
 Vakuum-Trocknungsanlage 438
 Vakuumabsolut 9
 Vakuumanlage
 Anschlusspunkte des Lecksuchers
 1095
 Vakuumanlagen 1093
 Vakuumfette 889
 Vakuumglühen 290
 Vakuumheber 1008
 Vakuumhygiene 942
 Vakuumkammer 948, 956
 Vakuumkammern 947, 950
 Vakuumkammerverfahren 1102
 Vakuumleckdetektor 1088
 Vakuumlecksuche 785, 1066
 Vakuummesstechnik 14
 Vakuummessung
 Normen 872
 Vakuummeter
 Reinigung 1032
 Vakuummeterkonstante 710, 852
 Druckabhängigkeit 710
 Vakuumprozesskammer 986
 Vakuumprozesssysteme 985
 Vakuumprozesstechnik 526, 530
 Vakuumpumpe 420
 Vakuumpumpen 27
 Einteilung der 295
- Enddruck 999
 gasbindende 296
 gasfördernd 295
 Kenngrößen 862
 Vakuumpumpen
 Normen 862
 Vakuumschütze 24
 Vakuumsystem
 einfache Differentialgleichung 995
 längstes 25
 ultrarein
 Vakuumsysteme
 Berechnung 995
 Van-der-Waals-Kräfte 265
 Van-der-Waals-Zustandsgleichung 82
 Ventile 958, 960, 965
 elektrisch 961
 elektropneumatisch 961
 manuell 961
 pneumatisch 961
 ventilloser Betrieb 1037
 Verbindungen
 CF 910, 934, 936
 KF 936
 Klammerflansch 932, 933
 Kleinflansch 933
 QCF 910, 934, 936
 Rohr 939
 Swagelok 938, 939
 VCR 938, 939
 Verbindungssysteme 924, 926
 Verblockung 153, 158
 Verdampfen 92
 Verdampfer-Getterpumpen 536
 Verdampfergetterpumpen Aufbau 567
 Verdampferkryostat 604
 Verdampferpumpen 561
 Verdampferpumpen Materialien 561
 Verdampfung 422
 Verdampfungsenthalpie 94
 spezifische 94
 Verdampfungsrate 97
 Verdampfungsstrom 1002
 Verdampfungswärme 269
 Verdichtunginnere 378
 Verdichtungsstoß 139, 452
 Verdrängerpumpen 298
 Betriebshinweise 405
 sicherheitstechnische Hinweise
 408
 Verdrängerpumpen, ölgedichtete
 Enddruck 399, 400
 Endpartialdruck 400

- Saugvermögen 399
Vergleichsmeßverfahren 841
Verschmutzung 786, 1089
Verschmutzung des Leckdetektors 1097
Verschmutzungsfaktoren 428
Verteilungsfunktion 199, 200
Verunreinigungen 270, 942, 944, 946
 Festkörper 944, 945
 filmisch 944, 946
 molekular 944, 946
Vibration 69
Vielzellenpumpen 349
Virialentwicklung 83
Virialkoeffizient 83
Viskosität 64
 dynamische 67, 202
Viskosität dynamische 201
Volumen
 schädliches 314
Volumengetterpumpen 536
Volumenstoßrate 58
Vorpumpe 326
 geeignete 1036
Vorvakuumdruck 513
Vorvakuumdrücke 512
Vorvakuumfestigkeit 481
Vorvakumpumpe 326
Vorvakumpumpen 528
Vorvakuumverträglichkeit 524
- W**
Wahrscheinlichkeitsdichte 200
Wälzkobenpumpen Installation 397
Wälzkolbenpumpen 300, 384
Wälzkolbenpumpen
 Betriebshinweise 397
 Grundlagen, theoretische 388
Wanddruck 48
Wärmedurchgangskoeffizient 422,
 425
Wärmefluss 197
Wärmeisolation 596
Wärmekapazität 70
 spezifische 70
Wärmelast 617
Wärmeleistung 511
Wärmeleitfähigkeit 73, 202, 425, 624
Wärmeleitung
 Gas 64
 Wärmeleitungsstrom 621
 Wärmeleitungsvakuummeter
 Nullpunktcompensation 693
 Wärmeleitungsvakuummeter Betriebshinweise
 698
 Wärimestrom 225, 227, 422
 Wärmetransport 68, 224
 Wärmeübergangskoeffizient 425
 Wärmez- und -ableitung 976
 Wartung 530
 Wasserbad 1078
 Wasserdampf aus dem Prüfling 790
 Wasserdampfdesorption 788
 Wasserdampfverträglichkeit 310, 442
 Wasserdichtheit 1081, 1085
 Wasserdruckprüfung 1080
 Wasserringpumpen 334
 Wasserstoff 1071
 Wasserstoffkrankheit 879
 Wasserstoffsäuren 584
 Wasserstrahl-Vakuumpumpen 447
 Wasserstrahlpumpen 448
 Wechselwirkungskraft 88
 Weglänge
 freie, äquivalente 196
 mittlere freie 55, 56
 Weichgläser 883
 Weltraumsimulation 25
 Werkstoffe
 Gasabgabe 890
 keramische 885
 Kunststoffe 888
 Werkstoffe Anforderungen 873
 Werkstoffpaarungen 911
 Wheatstonesche Brücke 692, 694
 Widerstandsverdampfer 571
 Windkraftanlage 24
 Winkelverteilung 172
 Wirkungsgrad, volumetrischer 391
- Z**
Zahnprofil 370
Zeitkonstante 1097
Zeolithe 536, 887
Zustandsänderung
 adiabatische 127
Zustandsänderungsentropie 127
Zustandsgleichung 42
Zustandsgrößen 39