Praktikumsprotokoll Vakuum

André Schendel, Silas Kraus Gruppe DO-20

4. Juli 2012

1 Demoversuch: Gasentladung

Zur Demonstration des Zusammenhangs zwischen Druck und Teilchenzahl in einem gegebenen Volumen wurde Hochspannung an eine evakuierbare, mit Luft gefüllte Gasentladungsröhre gelegt.

In der Gasentladungsröhre werden Elektronen von der Kathode (im Bild unten) zur Anode beschleunigt. Je nach Stärke der Beschleunigungsspannung haben sie nach einer kürzeren oder längeren Wegstrecke genügend kinetische Energie, um Luftmoleküle zu ionisieren, wenn sie mit diesen zusammenstoßen. Diese Ionen fungieren dann als Ladungsträger und die Luft wird leitend. Nach kurzer Zeit rekombinieren die Ionen wieder mit den freien Elektronen und emittieren dabei Photonen. Deshalb ist ein Leuchten zu sehen.

Bei Normaldruck befinden sich sehr viele Moleküle in der Röhre. Deshalb ist die mittlere freie Weglänge λ der e^- so kurz, dass sie nicht genügend kinetische Energie für die Ionisation aufnehmen können, bevor sie mit einem Molekül zusammenstoßen. Dann wird die Energie einfach in Form von Stößen weitergegeben.

Auch im Experiment war bei Raumdruck kein Leuchten zu sehen. Dann wurde die Röhre jedoch kontinuierlich evakuiert und somit durch Reduktion der Teilchenzahl die mittlere freie Weglänge der Elektronen erhöht. Ab einem bestimmten Druck breitete sich von der Anode her ein diffuses Leuchten aus. Vereinzelte Elektronen haben nun genügend Energie, Atome zu ionisieren. Dabei schlagen sie ein oder mehrere Elektronen heraus, die wiederum neue Ionen erzeugen können. So entsteht ein Lawineneffekt, der die gesamte Röhre mit einem diffusen Leuchten ausfüllt. Wird der Druck weiter abgesenkt, haben die meisten Elektronen die Ionisationsenergie erreicht. Sobald sie auf ein Molekül treffen, wird dieses also ionisiert. Im statistischen Mittel bedeutet das aber, dass die meisten Elektronen immer dann ein Molekül ionisieren, wenn sie ein Vielfaches von λ zurückgelegt haben. Deshalb stellen sich in der Röhre bestimmte Bereiche mit hellerem Leuchten ein, deren Abstände



Abbildung 1: evakuierte Gasentladungsröhre. Sowohl das diffuse Hintergrundleuchten als auch die Bereiche stärkerer Anregung mit den Abständen ≘mittlere freie Weglänge sind gut zu erkennen.

von λ und somit dem Druck abhängen. So kann durch einen makroskopisch beobachtbaren Effekt auf den Zusammenhang zwischen Druck, Teilchenzahl und mittlerer freier Weglänge geschlossen werden.

Die hellen Bereiche waren auch im Versuch deutlich zu sehen. Mit sinkendem Druck vergrößerten sich die Abstände der Bereiche immer weiter.

Wird der Druck immer mehr verringert, befinden sich irgendwann so wenige Moleküle in der Röhre, dass die meisten Elektronen die gesamte Distanz zwischen Kathode und Anode überwinden, ohne einen einzigen Stoß auszuführen. Dann erlischt die Gasentladung. (*Im Versuch war es nicht möglich, nur mit der Drehschieberpumpe einen ausreichend geringen Druck zu erzeugen, bei dem dieser Effekt zu beobachten wäre.*)

2 Strömungsleitwert

Der Strömungsleitwert eines Metallrohrs mit Innendurchmesser d = 2mm sollte bestimmt werden. Dazu wurde das Rohr zwischen Rezipient und Drehschieberpumpe eingebracht und der Rezipient mit der Pumpe evakuiert. Dabei wurde jeweils vor und hinter dem Rohr der Druck gemessen.

| Zeit (s) | T1 (mbar) | T2 (mbar) | $\Delta p \ (\text{mbar})$ | C (l/s) |
|----------|-----------|-----------|----------------------------|----------------------|
| 0 | 1000 | 1000 | 0 | - |
| 10 | 220 | 1000 | 780 | $3.25 \cdot 10^{-2}$ |
| 20 | 177 | 1000 | 823 | $2.48 \cdot 10^{-2}$ |
| 30 | 145 | 1000 | 855 | $1.95 \cdot 10^{-2}$ |
| 40 | 117 | 850 | 733 | $1.84 \cdot 10^{-2}$ |
| 50 | 95 | 640 | 545 | $2.01 \cdot 10^{-2}$ |
| 60 | 79 | 470 | 391 | $2.33 \cdot 10^{-2}$ |
| 70 | 61 | 365 | 304 | $2.31 \cdot 10^{-2}$ |
| 80 | 48 | 284 | 236 | $2.34 \cdot 10^{-2}$ |
| 90 | 40 | 232 | 192 | $2.40 \cdot 10^{-2}$ |
| 100 | 31.5 | 193 | 161.5 | $2.25 \cdot 10^{-2}$ |
| 110 | 25.9 | 166 | 140.1 | $2.13 \cdot 10^{-2}$ |
| 120 | 20 | 144 | 124 | $1.86 \cdot 10^{-2}$ |
| 130 | 17.6 | 124 | 106.4 | $1.90 \cdot 10^{-2}$ |
| 140 | 14.5 | 111 | 96.5 | $1.73 \cdot 10^{-2}$ |
| 150 | 12.2 | 98.7 | 86.5 | $1.62 \cdot 10^{-2}$ |
| 160 | 10.3 | 88.2 | 77.9 | $1.52 \cdot 10^{-2}$ |
| 170 | 8.7 | 78.4 | 69.7 | $1.44 \cdot 10^{-2}$ |
| 180 | 7.5 | 72 | 64.5 | $1.34 \cdot 10^{-2}$ |
| 190 | 6.5 | 66.7 | 60.2 | $1.24 \cdot 10^{-2}$ |
| 200 | 5.6 | 61.7 | 56.1 | $1.15 \cdot 10^{-2}$ |
| 210 | 4.9 | 56.4 | 51.5 | $1.10 \cdot 10^{-2}$ |
| 220 | 4.3 | 52.3 | 48 | $1.03 \cdot 10^{-2}$ |
| 230 | 3.9 | 48.2 | 44.3 | $1.01 \cdot 10^{-2}$ |
| 240 | 3.45 | 45.9 | 42.45 | $9.36 \cdot 10^{-3}$ |
| 250 | 3.12 | 43.5 | 40.38 | $8.90 \cdot 10^{-3}$ |
| 260 | 2.7 | 41.3 | 38.6 | $8.05 \cdot 10^{-3}$ |
| 270 | 2.5 | 39.2 | 36.7 | $7.84 \cdot 10^{-3}$ |
| 280 | 2.33 | 37.2 | 34.87 | $7.69 \cdot 10^{-3}$ |
| 290 | 2.12 | 35.3 | 33.18 | $7.36 \cdot 10^{-3}$ |
| 300 | 1.95 | 33.5 | 31.55 | $7.12 \cdot 10^{-3}$ |

Tabelle 1: Druck zwischen Rezipient und Rohr (T2) und Pumpe (T1) sowie Differenz $\Delta p = T2 - T2$.



Abbildung 2: Druck an T1 und T2 sowie T2-T1 über der Zeit aufgetragen.

Wie sich zeigt, sind die ersten 4 Messwerte an T2 nicht repräsentativ. Offenbar funktionierte hier das Messgerät noch nicht richtig. Deshalb wurden diese 4 Werte für die spätere Regression durch die logarithmische Auftragung eliminiert.



Abbildung 3: logarithmische Auftragung von T1 und T2.

Die Steigungen m der Regressionsgeraden aus der logarithmischen Auftragung wurden in der Formel zur Berechnung des Strömungsleitwerts C verwendet:

$$C = \frac{-m \cdot V \cdot p_A}{p_R - p_A}$$

mit V= Volumen des Rezipienten , p_A = Druck T1 am Ansaugstutzen und p_R = Druck T2 am Rezipienten. In diesem Fall muss dabei die Steigung der Geraden durch die T2- Werte verwendet werden, da sie das effektive Saugvermögen des Aufbaus "Pumpe + Rohr" beschreibt.

Ursprünglich wurde erwartet, dass die Werte für den Strömungsleitwert C relativ konstant bleiben, in der obigen Tabelle zeigt sich aber, dass sie linear fallen. Deshalb wurde der Mittelwert berechnet:

$$C_{Mittel} = 0.00145 \frac{l}{s}$$

Im Musterprotokoll wurde ein Wert von 1.32 errechnet. Offenbar ist ein Größenordnungsfehler um den Faktor 1000 aufgetreten, dessen Ursache aber nicht gefunden werden konnte.

3 Saugvermögen der Drehschieberpumpe

Um das druckabhängige Saugvermögen der Pumpe zu bestimmen, wurde das Metallrohr wieder durch den dicken Schlauch getauscht. Der Rezipient wurde kontinuierlich evakuiert und dabei in festen Zeitintervallen der Druck vor der Pumpe gemessen (Messtelle T1).

Die Ergebnisse finden sich in Tabelle 2. Zur Berechnung des Saugvermögens wurde die Formel

$$\frac{S}{V} * t = -(ln(p) - ln(p_0))$$
$$\Rightarrow S = -(ln(p) - ln(p_0)) * \frac{V}{t}$$

verwendet. p_0 ist dabei der Normaldruck von 1000*mbar* und *V* wieder das Volumen des Rezipienten von 10.1*l*.



3 Abbildung 4: zeitlicher Verlauf des Drucks an T1.

| Zeit (s) | Druck T1 (mbar) | S(p) (l/s) |
|----------|-----------------|------------|
| 0 | 1000 | |
| 5 | 1000 | |
| 10 | 750 | 0.291 |
| 15 | 410 | 0.600 |
| 20 | 274 | 0.654 |
| 25 | 182 | 0.688 |
| 30 | 124 | 0.703 |
| 45 | 40.3 | 0.721 |
| 60 | 13.4 | 0.726 |
| 75 | 4.67 | 0.723 |
| 90 | 1.61 | 0.722 |
| 105 | 0.619 | 0.711 |
| 120 | 0.283 | 0.688 |
| 135 | 0.153 | 0.657 |
| 150 | 0.0998 | 0.620 |
| 165 | 0.0703 | 0.585 |
| 180 | 0.0556 | 0.550 |
| 195 | 0.0466 | 0.517 |
| 210 | 0.0411 | 0.486 |
| 225 | 0.0368 | 0.458 |
| 240 | 0.0339 | 0.433 |
| 255 | 0.0317 | 0.410 |
| 270 | 0.0297 | 0.390 |
| 285 | 0.028 | 0.372 |
| 300 | 0.0266 | 0.355 |

Tabelle 2: Druck T1 in der Saugleitung und Saugvermögen der Drehschieberpumpe



Abbildung 5: Saugvermögen der Pumpe über Druck an T1.

Das mittlere Saugvermögen \overline{S} wurde über die Wer-

te im linearen Bereich (von p = 40.3 bis 0.619) bestimmt. Es ergab sich dann:

$$\overline{S} = 0.72 \frac{l}{s} = 2.592 \frac{m^3}{h}$$

Die Herstellerangabe nennt ein Saugvermögen von $2.5\frac{m^3}{h}$, der errechnete Wert weicht also lediglich um 3.7% ab. Der Mittelwert ist im Graphen blau eingezeichnet.

4 Saugvermögen der Turbomolekularpumpe

Nachdem das Vorvakuum entsprechend eingestellt war, wurde die Turbomolekularpumpe eingeschaltet und nach Abschluss der Beschleunigung mit der Messung begonnen.

| Zeit (s) | Druck (mbar) | Zeit (s) | Druck (mbar) |
|----------|--------------|----------|--------------|
| 0 | 0.00019 | 190 | 0.0000894 |
| 10 | 0.00016 | 200 | 0.0000876 |
| 20 | 0.000146 | 210 | 0.0000853 |
| 30 | 0.000137 | 220 | 0.0000838 |
| 40 | 0.00013 | 230 | 0.0000822 |
| 50 | 0.000125 | 240 | 0.0000806 |
| 60 | 0.000121 | 250 | 0.0000785 |
| 70 | 0.000117 | 260 | 0.0000771 |
| 80 | 0.000114 | 270 | 0.0000757 |
| 90 | 0.000111 | 280 | 0.0000747 |
| 100 | 0.000108 | 290 | 0.0000733 |
| 110 | 0.000106 | 300 | 0.0000723 |
| 120 | 0.000103 | 310 | 0.0000712 |
| 130 | 0.000101 | 320 | 0.0000703 |
| 140 | 0.0000989 | 330 | 0.0000689 |
| 150 | 0.0000971 | 340 | 0.0000682 |
| 160 | 0.0000953 | 350 | 0.0000671 |
| 170 | 0.0000933 | 360 | 0.0000664 |
| 180 | 0.0000913 | | |

Tabelle 3: Druck im Rezipienten, gemessen mit dem Ionisationsmanometer.

Anders als in Aufgabe 3 wurde diesmal ln(p) über $\frac{t}{V}$ aufgetragen, um aus der Steigung \overline{S} direkt ablesen zu können.



Abbildung 6: ln (p) über $\frac{t}{V}$ zur Bestimmung von \overline{S}

Die Steigung lieferte nun einen Wert von

$$\overline{S} = 0.0255 \frac{l}{s}$$

, was weder mit dem Wert aus dem Musterprotokoll noch der Herstellerangabe übereinstimmt. Die Ursache dafür ist uns nicht bekannt. Möglicherweise war die Turbomolekularpumpe noch keine konstante Drehzahl erreicht oder es befanden sich Lecks im Versuchsaufbau.

Es sollte außerdem die auf die evakuierte Glasglocke wirkende Kraft berechnet werden. Da der Druck im Rezipienten zuletzt nur noch $6 * 10^{-5}$ mbar betrug, kann dieser im Vergleich zu den 1000 mbar Normaldruck vernachlässigt werden und es ergibt sich die Kraft, die schon in der Vorbereitung berechnet wurde:

$$F = A \cdot \Delta p = (0, 11m)^2 \cdot \pi \cdot 10, 13 \cdot 10^5 Pa = 3,85kN$$

Die Glocke muss also extrem stabil konstruiert sein, um diesem Druck standzuhalten.

5 Durchführung eines einstufigen, statischen Kalibrierungsverfahrens

Als nächstes sollte der Druck im Rezipienten unter Zuhilfenahme der Drehschieber- und Turbomolekularpumpe auf einen Druck von $10^{-4}mbar$ gesenkt werden, was man an Messstelle T3 ablesen konnte, wie auch alle anderen erforderlichen Drücke im Laufe dieses Versuchsteils. Danach wurde Ventil V2 geschlossen und die beiden Pumpen abgeschaltet. So konnte kein Gas zurück in den Rezipienten strömen.

Anschließend wurde das Referenzvolumen vom Rezipienten entkoppelt. Im Anschluss daran konnte die Öffnung B2 geöffnet werden, sodass das Referenzvolumen wieder mit Luft befüllt wurde.

Danach konnte B2 wieder geschlossen und V3 geöffnet werden, sodass sich die Gasteilchen im zusammengeführten Volumen verteilen konnten. Dadurch erhöhte sich der Gesamtdruck im Rezipienten und Referenzvolumen. Dieser Prozess wurde solange wiederholt, bis sich ein Gesamtdruck von 80*mbar* einstellte. Anschaulich ergab dies den folgenden Graphen:

Abbildung 7: Druckverlauf im Rezipienten in Abhängigkeit von den Iterationschritten



Außerdem sollte noch das Expansionsverhältnis $\frac{V_{Rez}}{V_{Ref}}$ gebildet werden.

Dieses konnte man sich einfach mit dem idealen Gasgesetz herleiten:

$$p \cdot V = n \cdot R \cdot T$$

$$p_{nach} \cdot (V_{Ref} + V_{Rez}) = R \cdot T \cdot n_{ges}$$

$$(p_{Ref} + m) \cdot (V_{Ref} + V_{Rez}) = R \cdot T \cdot (n_{Ref} + n_{Rez})$$

$$(p_{Ref} + m) \cdot (V_{Ref} + V_{Rez}) = R \cdot T \cdot \left(\frac{p_{Luft} \cdot V_{Ref}}{R \cdot T} + \frac{p_{Rez} \cdot V_{Rez}}{R \cdot T}\right)$$

$$(p_{Ref} + m) \cdot (V_{Ref} + V_{Rez}) = p_{Luft} \cdot V_{Ref} + p_{Rez} \cdot V_{Rez}$$

$$V_{Ref} \cdot (p_{Luft} + p_{nach}) = V_{Rez} \cdot (p_{Rez} - p_{nach})$$

$$V_{Ref} \cdot (p_{Luft} + p_{nach}) = V_{Rez} \cdot (p_{Rez} - (p_{Rez} + m))$$

$$V_{Ref} = V_{Rez} \cdot \frac{m}{p_{Luft} - p_{nach}}$$
mit $p_{Luft} \gg p_{nach}$

$$\frac{V_{Ref}}{V_{Ref}} = \frac{p_{Luft}}{m}$$

$$V_{Ref} = V_{Rez} \cdot \frac{m}{p_{Luft}}$$

Dabei bezeichnet p_{nach} den Gesamtdruck im Volumen nach dem Öffnen des Ventils V3 und der Expansion der Gasteilchen aus dem Referenzvolumen in den Rezipienten. Der Index *Ref* bezeichnet die indizierte Größe des Referenzvolumens, der Index *Rez* die indizierte Größe des Rezipienten. p_{Luft} ist der normale Raumdruck von 1013mbar und *m* die Geradensteigung aus dem Graphen für den Druckverlauf in Abhängigkeit von den Iterationsschritten. Somit ergibt sich also ein Expansionsverhältnis von 173, 76 sowie ein Referenzvolumen von 0,058l. Im Vergleich zum angegebenen Referenzvolumen von 0,034l stellt der gemessene Werte eine Abweichung von 70,96% dar. Dies lässt sich höchstwahrscheinlich darauf zurückführen, dass der angezeigte Druck zu früh aufgenommen wurde. In diesem Fall hatten sich die Luftmoleküle noch nicht gleichmäßig verteilt, nachdem das Ventil zwischen Referenzvolumen und Rezipient geöffnet wurde. Möglich ist auch, dass das Ventil nicht vollkommen geschlossen war und so immer etwas Luft direkt einströmen konnte und die Messwerte verfälschte.

6 Bestimmung der elektrischen Durchschlagfestigkeit im Vakuum

Im Folgenden sollte die Durchschlagsfestigkeit bei verschiedenen Drücken bestimmt werden. Begonnen wurde bei 1000mbar, im nächsten Schritt dann 500mbar und dann wurde der Durck immer weiter halbiert, bis man bei 0,05mbar angekommen war.

Da bei diesen Drücken die durch Lecks einströmende Luft eine nicht mehr zu vernachlässigende Rolle spielt, wurde nun noch zusätzlich die Turbomolekularpumpe eingeschaltet, um den Druck auf 10^{-4} mbar zu senken und konstant halten zu können.

Zu Beginn konnte der Moment des Spannungsdurchschlags noch gut mit dem auftretenden Lichtbogen bestimmt werden, jedoch funktionierte dies nicht mehr ab einem Druck von 122mbar, bei dem auch kein Lichtbogen mehr zu beobachten war, sondern eine Glimmentladung, welche jedoch mit sinkendem Druck auch immer schwerer zu erkennen war. Auch die Position der Entladung verlagerte sich. Ab einem Druck von 122mbar wurde dann der Moment des Spannungsdurchschlags über den Spannungsabfall am Voltmeter bestimmt.

| Aufgabe 6 | | | | | |
|--------------|--------------|----------------|--|--|--|
| Druck (mbar) | Spannung (V) | | | | |
| 1000.0000 | 2190 | Lichtbogen | | | |
| 480.0000 | 1252 | | | | |
| 253.0000 | 973 | | | | |
| 122.0000 | 637 | | | | |
| 61.9000 | 438 | Glimmentladung | | | |
| 31.0000 | 417 | | | | |
| 15.9000 | 378 | | | | |
| 7.9700 | 376 | | | | |
| 4.0100 | 353 | | | | |
| 2.0900 | 348 | | | | |
| 1.0300 | 350 | | | | |
| 0.5270 | 431 | | | | |
| 0.2580 | 440 | | | | |
| 0.1290 | 478 | | | | |
| 0.0680 | 477 | | | | |
| 9.50E-003 | 1220 | | | | |
| 5.40E-003 | 2301 | | | | |
| 3.60E-003 | 3600 | | | | |

Tabelle 4:



Durchschlagsspannung U ueber den logarithmisch aufgetragenen Rezipientendruck dargestellt

Anhand der ermittelten Daten und dem daraus erstellten Graphen ist leicht zu erkennen, dass die Durchschlagsspannung mit sinkendem Druck zuerst linear abfällt, sich dann auf einem Platteau bewegt und anschließend wieder stark ansteigt.

Der lineare Abfall lässt sich durch die anwachsende mittlere freie Weglänge erklären, die dazu führt, dass die Elektronen weniger stark im elektrischen Feld beschleunigt werden müssen, um einen Spannungsdurchschlag hervor zu rufen. Wenn die e^- eine längere Strecke zurücklegen, bevor sie erneut stoßen, können sie auf dieser Strecke auch mehr Energie aufnehmen. Insgesamt ist also eine geringere Beschleunigungsspannung nötig.

Der Spannungsanstieg bei sehr kleinen Drücken rührt davon, dass sich die mittlere freie Weglänge nun in der Größenordnung des Abstands der beiden Metallkugeln oder darüber befand. Damit mussten die Elektronen direkt ab der Kathode stark genug beschleunigt werden, um von einer zur anderen Metallkugel überspringen zu können, da ein Gasteilchen als SSprungbrettnnun fehlte.

Auf die Fragestellung zur Bedeutung des druckabhängigen Spannungsabfalls für die Industrie wurde bereits in der Praktikumsvorbereitung eingegangen.

7 Aufdampfen einer Indium-Schicht durch eine Kreisblende auf eine Plexiglasscheibe bei drei verschiedenen Drücken

Die letzte Aufgabe bestand darin, bei verschiedenen Drücken p (im Bereich von $10^{-5}mbar, 10^{-3}mbar$ und $10^{-2}mbar$) einen Fleck Indium auf eine schwenkbare Plexiglasscheibe aufzudampfen.

Wie erwartet wurde, war der zur Verdampfung benötigte Heizstrom bei niedrigeren Drücken ebenfalls etwas niedriger als bei höheren. Da der Wärmetransport aufgrund der geringeren Teilchenanzahl stark eingeschränkt ist, konnten die Indiumatome bei erniedrigtem Druck leichter in die Gasphase übertreten, sodass der Großteil der Energie von den Indiumatomen direkt aufgenommen wurde.

Man konnte auch sehr gut erkennen, dass die Randschärfe der aufdampften Indiumflecken mit steigendem Druck stark nachliess, da durch die erhöhte Teilchenanzahl die Streuung an diesen ebenfalls stark anstieg, somit eben auch die Varianz des Aufdampungsortes.



Abbildung 8: Aufdampfapparatur. Im Vordergrund befinden sich die Kugeln für den Spannungsdurchschlagsversuch. Im Kasten dahinter befindet sich die glühende Indiumprobe. Durch die Lochblende in der Decke des Kastens fällt ein Lichtstrahl auf die Plexiglasscheibe darüber, der schon von einem verschwommenen Indiumfleck umgeben ist.

8 Aufbereitung der Apparaturen

Abschliessend wurden die Apparaturen von der aufgedampften Indiumschicht gereinigt und das Indiumschiffchen neu befüllt, damit die nächste Praktikumsgruppe beim nächsten Mal direkt mit den Versuchen starten kann.